ХРОМАТОГРАФ ГАЗОВЫЙ "КРИСТАЛЛ 2000М"

РУКОВОДСТВО ПО ЭКСПЛУАТАЦИИ

214.2.840.030РЭ

ЧАСТЬ 2

УЗЛЫ ВВОДА ПРОБЫ, ДЕТЕКТОРЫ

Редакция 25.10.2023

Оглавление

Важные указания 6

1 Испарители 7

1.1 Типы испарителей 7

1.2 Общие рекомендации 10

1.2.1 Использование направляющей иглы 10
1.2.2 Уплотнение лайнера 11
1.2.3 Мембрана испарителя (септа) 11

1.3 Испаритель насадочный 7.2 12

1.3.1 Конструкция испарителя 12
1.3.2 Установка (замена) лайнера 14
1.3.3 Подключение газов 15
1.3.4 Подключение насадочных колонок 16

1.4 Испаритель капиллярный 7.2 17

1.4.1 Конструкция испарителя 18
1.4.2 Лайнеры для испарителя капиллярного 7.2 20
1.4.3 Установка (замена) лайнера 23
1.4.4 Подключение газов 25
1.4.5 Подключение капиллярной колонки 27
1.4.6 Управление газовыми потоками испарителя 28
1.4.7 Ввод проб с делением потока (split) 29
1.4.8 Ввод проб без деления потока (splitless) 31
1.4.9 Работа капиллярного испарителя с насадочной колонкой 34

1.5 Испаритель капиллярный 7.3 программируемый, испаритель капиллярный 7.4 прямого ввода 35

1.5.1 Конструкция испарителей 35
1.5.2 Прямой ввод пробы в колонку (on-column) 38
1.5.3 Установка капиллярной колонки 39

2 Газовые краны 41

2.1 Введение 41

2.2 Общие технические характеристики 41

2.3 Описание и работа 42

2.3.1 Общие сведения 42
2.3.2 Кран 6-портовый двухпозиционный 44
2.3.3 Кран-дозатор 6-портовый трехпозиционный 46
2.3.4 Кран 10-портовый 47
2.3.5 Автоматические / термостатируемые краны 49

2.4 Подключение газов к кранам 50

2.5 Подключение колонок к кранам 50

2.6 Работа с краном-дозатором 53

2.7 Техническое обслуживание кранов 54

2.7.1 Замена дозирующей петли 54
2.7.2 Проверка герметичности 54
2.7.3 Проверка "перетечек" между каналами в кране-дозаторе 54
2.7.4 Рекомендации по промывке каналов крана 55

3 Детекторы 56

3.1 Детектор по теплопроводности (ДТП) 56

3.1.1 Принцип действия ДТП 56
3.1.2 Конструкция ДТП 56
3.1.3 Установка ДТП 60
3.1.4 Усилители ДТП 61
3.1.5 Подключение газов к ДТП 61
3.1.6 Подключение колонок к ДТП 64
3.1.7 Особенности применения ДТП 68
3.1.8 Защита спиралей ДТП от окисления 69
3.1.9 Техническое обслуживание ДТП 70

3.2 Детектор термохимический (ДТХ) 78

3.2.1 Принцип действия ДТХ 78
3.2.2 Подключение газов к ДТХ 81
3.2.3 Подключение колонок к ДТХ 82
3.2.4 Особенности применения детектора ДТХ 84
3.2.5 Техническое обслуживание ДТХ 86

3.3 Детектор пламенно-ионизационный (ПИД) 89

3.3.1 Принцип действия ПИД 89
3.3.2 Конструкция и установка ПИД 89
3.3.3 Подключение газов к ПИД 92
3.3.4 Подключение колонок к ПИД 93
3.3.5 Особенности применения ПИД 95
3.3.6 Техническое обслуживание ПИД 96

3.4 Термоионный детектор (ТИД) 101

3.4.1 Принцип действия ТИД 101
3.4.2 Конструкция и установка ТИД 102
3.4.3 Подключение газов к ТИД 105
3.4.4 Подключение колонок к ТИД 105
3.4.5 Особенности применения ТИД 108
3.4.6 Техническое обслуживание ТИД 109

3.5 Пламенно–фотометрический детектор (ПФД) 112

3.5.1 Принцип действия ПФД 112
3.5.2 Конструкция и установка ПФД 113
3.5.3 Подключение газов к ПФД 117
3.5.4 Подключение колонок к ПФД 118
3.5.5 Особенности применения ПФД 121
3.5.6 Техническое обслуживание ПФД 123

3.6 Фотоионизационный детектор (ФИД) 126

3.6.1 Принцип действия ФИД 126
3.6.2 Конструкция и установка ФИД 127
3.6.3 Подключение газов к ФИД 129
3.6.4 Подключение колонок к ФИД 130
3.6.5 Особенности применения ФИД 133
3.6.6 Эксплуатация лампы ФИД 133
3.6.7 Техническое обслуживание ФИД 134

3.7 Электронозахватный детектор (ЭЗД) 136

3.7.1 Принцип действия ЭЗД 136
3.7.2 Использование детектора ЭЗД с ИИ (Ni63) 137
3.7.3 Конструкция ЭЗД 2.840.040-01 138
3.7.4 Конструкция микро-ЭЗД 2.840.040-01.01 139
3.7.5 Установка ЭЗД 141
3.7.6 Питающие газы 141
3.7.7 Подключение газов к ЭЗД 142
3.7.8 Подключение колонок к ЭЗД 143
3.7.9 Особенности применения ЭЗД 145
3.7.10 Техническое обслуживание ЭЗД 149

3.8 Масс-спектрометрический детектор (МСД) 154

Важные указания

Загрязнение колонок или детекторов не является гарантийным случаем.

Все описанные ниже процедуры обслуживания узлов хроматографа (испарителей, кранов, детекторов и т.д.) не являются сложными и проводятся самим пользователем при работе с хроматографом.

Указания, отмеченные такой рамкой, необходимо выполнять, чтобы исключить получение травм при работе с хроматографом или повреждение оборудования.



Указания, отмеченные данным символом, следует выполнять при наличии в составе комплекса хроматографа с электронозахватным детектором (ЭЗД), содержащего источник радионуклидного излучения.



Данный символ предупреждает об опасности ожога. Он наносится на верхнюю крышку хроматографа (предупреждает о горячих поверхностях испарителей и детекторов) и на заднюю стенку хроматографа с текстом: "**Горячий воздух**" (предупреждает об опасности ожога при циклах нагрева и охлаждения термостата).



Данный символ предупреждает об опасности взрыва при использовании водорода.

На двери термостата наносится надпись:

Внимание! Перед включением хроматографа убедитесь, что линии подачи водорода заглушены или подключены к колонке.

1 Испарители

В программе "Панель управления" испаритель обозначается как **Порт ввода**.

Настройка конфигурации *испарителей* и питающих газов выполняется в соответствии с разделом 3.2.1 Порты ввода пробы, Руководства пользователя 214.00045-51И, ПО Хроматэк Аналитик.

Задание параметров *испарителя* и питающих газов в режиме анализа выполняется в соответствии с разделом 3.4.1 Порты ввода пробы, Руководства пользователя 214.00045-51И, ПО Хроматэк Аналитик.

1.1 Типы испарителей

Испаритель (инжектор) предназначен для ввода в хроматографическую колонку жидких и газообразных проб с помощью шприца. В хроматографах "Хроматэк-Кристалл" многие внешние устройства ввода пробы подключаются через испаритель (термодесорберы, дозатор равновесного пара, кран-дозатор сжиженных газов и другие).

Таблица 1.1 – Обзор способов ввода в колонку

Ввод пробы	**Режим ввода**	**Тип испарителя**
Насадочная (набивная)	в лайнер	Испаритель насадочный 7.2
	прямой в колонку	
Капиллярная	с делением	Испаритель капиллярный 7.2
	без деления	
	импульс давления	
Капиллярная	программируемый со скоростью нагрева термостата колонок с делением / без деления потока	Испаритель капиллярный 7.3 программируемый
	прямой ввод	
	импульс давления	
Капиллярная	прямой ввод	Испаритель капиллярный 7.4 прямого ввода

Насадочный и капиллярный испарители 7.2 имеют одинаковый корпус, отличаются по назначению подключаемыми элементами и пневматической схемой. Поэтому капиллярный испаритель может быть переделан в насадочный и наоборот.

Таблица 1.2 – Рекомендованное применение испарителя насадочного 7.2

Тип колонки	**Режим**	**Применение**
Насадочная		Ввод в колонку всего объема пробы в лайнер испарителя. Возможно размещение в лайнере набивки для минимизации "загрязнения" колонки нежелательными компонентами.
		Ввод в колонку с удлиненным хвостовиком всего объема пробы. Уменьшение размывания хроматографических пиков, применяется на некоторых предприятиях.
Капиллярная	С делением (split)	Деление потока уменьшает объем пробы, вводимой в капиллярную колонку, для исключения ее перегрузки. Лучше всего подходит для анализа образцов, содержащих термостабильные компоненты с концентрацией выше 50 ppm.
	Без деления (splitless)	Большая часть пробы вводится в колонку при закрытом сбросе, после этого сброс открывается и лайнер продувается. Используется при концентрации компонентов пробы меньше 50 ppm. Анализируемые компоненты должны быть тяжелее растворителя.
		Ввод пробы импульсом давления – более эффективный перенос пробы из лайнера в колонку. После ввода пробы, входное давление восстанавливается до нормального значения.

Таблица 1.3 – Рекомендованное применение испарителя капиллярного 7.3 программируемого

Тип колонки	Режим	Применение
Капиллярная	С делением (split)	Деление потока уменьшает объем пробы, вводимой в капиллярную колонку, для исключения ее перегрузки. Лучше всего подходит для анализа образцов, содержащих термостабильные компоненты с концентрацией выше 50 ppm.
	Без деления (splitless)	Большая часть пробы вводится в колонку при закрытом сбросе, после этого сброс открывается и лайнер продувается. Используется при концентрации компонентов пробы меньше 50 ppm. Анализируемые компоненты должны быть тяжелее растворителя.
		Ввод пробы импульсом давления – более эффективный перенос пробы из лайнера в колонку. После ввода пробы, входное давление восстанавливается до нормального значения.
	Прямой ввод (on-column)	Проба вводится непосредственно в колонку, вход которой расположен в холодном испарителе, затем испаритель и колонка программируются. Рекомендован для анализа многокомпонентных проб с широким диапазоном температур кипения компонентов. По сравнению с режимами ввода с делением/без деления потока исключается фракционирование пробы.

Таблица 1.4 – Рекомендованное применение испарителя капиллярного 7.4 прямого ввода

Тип колонки	Режим	Применение
Капиллярная	Прямой ввод (on-column)	Проба вводится непосредственно в колонку, вход которой расположен в холодном испарителе, затем испаритель и колонка программируются. Рекомендован для анализа многокомпонентных проб с широким диапазоном температур кипения компонентов. По сравнению с режимами ввода с делением/без деления потока исключается фракционирование пробы.

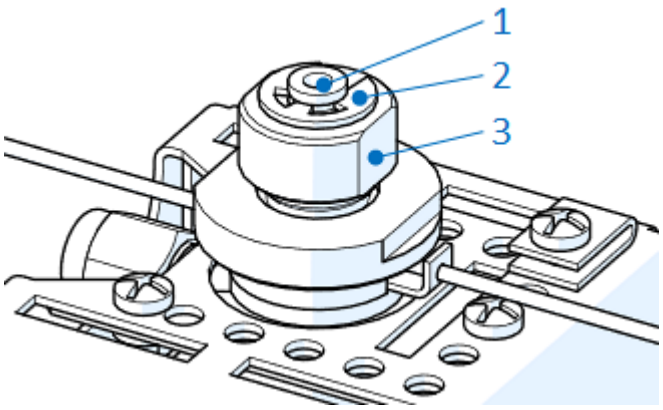
1.2 Общие рекомендации

1.2.1 Использование направляющей иглы

Для минимизации износа мембраны и попадания крошек мембраны в камеру испарения, диаметр отверстия направляющей иглы должен минимально превышать диаметр иглы шприца для ввода пробы.

Для всех типов испарителей существует несколько исполнений направляющей иглы (Втулка 8.220.184-XX). Стандартно установлена Втулка 8.220.184. В зависимости от диаметра иглы микрошприца или используемого устройства, рекомендуется установить соответствующую направляющую (Таблица 1.5). Для замены направляющей необходимо выполнить следующие действия:

- открутить гайку мембраны;
- снять стопорную шайбу;
- заменить направляющую иглы;
- установить на место стопорную шайбу и закрутить гайку мембраны.



1 – направляющая иглы, 2 – стопорная шайба. 3 – гайка мембраны

Рисунок 1.1 – Направляющая иглы на гайке мембраны

Таблица 1.5 – Исполнения направляющей иглы

Наименование, Обозначение	**Диаметр отверстия, мм**	**Типы микрошприцев, устройства**	**Диаметр иглы, мм**
Втулка 8.220.184	0,7	SGE-Chromatec-02-10µl Hamilton 701N и другие	0,47
		Шприц дозатора с размером иглы 23/26s	0,64
Втулка 8.220.184-01	1,1	Hamilton 1001	0,72
		Термодесорбер 2-стад.	1,0

Для дозаторов ДАЖ-2М, в зависимости от модели, используются различные типы гаек испарителя, поставляемые в комплекте дозаторов.

1.2.2 Уплотнение лайнера

При работе испарителя в температурных режимах свыше 350 °С (а также при работе с тепловой шайбой 13, Рисунок 1.2, Рисунок 1.6) резиновое кольцо 11 подвержено сильному износу, и требует частой замены. Износ кольца проявляется в значительной остаточной деформации, прилипании к корпусу и в изменении свойств материала кольца – резина теряет эластичность и становится хрупкой.

1.2.3 Мембрана испарителя (септа)

Мембрана 9 испарителя (Рисунок 1.2, Рисунок 1.6) представляет собой резиновый диск диаметром 10 или 11 мм, толщиной 3 или 4 мм. В случае замены стандартных мембран, поставляемых СКБ "Хроматэк" на иные, предпочтительно использовать мембраны из мягкой и эластичной резины, имеющей низкое газовыделение.

Мембрана уплотняется при затягивании гайки 4. Рекомендации по использованию и замене мембраны испарителя приведены в разделе **Ошибка! Источник ссылки не найден.**.

Следует иметь в виду, что герметичность уплотнения мембраной, достигнутая на горячем испарителе (при температуре 150 °С и выше), может привести к утечкам при его охлаждении. Данная ситуация особенно критична при работе с детектором МСД, для устранения наблюдаемого эффекта рекомендуется использовать мембраны диаметром 11 мм.

После снижения температуры испарителя, во избежание утечек газа-носителя через мембрану, необходимо проверить герметичность уплотнения, и при необходимости, подтянуть гайку.

При работе испарителя в температурных режимах свыше 350 °С (особенно с тепловой шайбой) мембрана испарителя подвержена сильному износу. Кроме того, с повышением температуры верхней части испарителя объем выделяемых из мембраны продуктов термического разложения может увеличиться настолько, что поток обдува мембраны не будет эффективно удалять их. Это приведет к попаданию продуктов разложения резины в колонку и появлению ложных пиков на хроматограмме. Поэтому, в случае работы испарителя при температурах свыше 350 °С и во всех случаях при использовании тепловой шайбы рекомендуется применение высокотемпературных мембран, например Септа HT SGE.

1.3 Испаритель насадочный 7.2

1.3.1 Конструкция испарителя

Корпус испарителя (Рисунок 1.2), с установленным на него нагревателем, верхней частью соединяется с силовым кожухом 6.

Силовой кожух позволяет ориентировать корпус испарителя относительно вертикальной оси. Конструкция силового кожуха едина для всех исполнений испарителей.

Корпус испарителя имеет штуцер 12, предназначенный для подключения трубопровода сброса пробы при использовании насадочного испарителя в качестве капиллярного.

Для насадочного испарителя штуцер заглушается. В нижней части на корпус испарителя навинчивается штуцер 16 для подключения насадочной колонки.

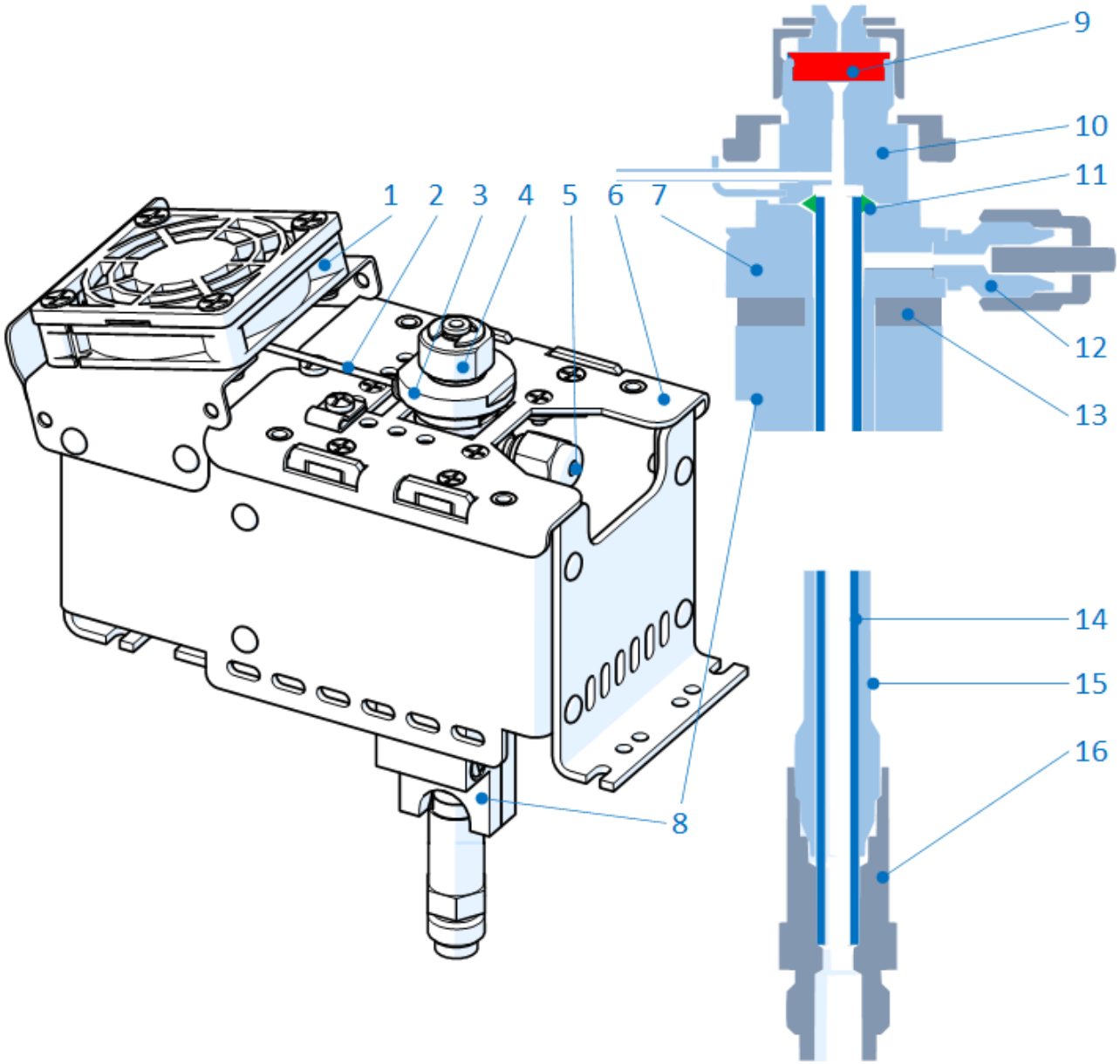
Лайнер 14, устанавливаемый внутрь корпуса испарителя, представляет собой стеклянную трубку длиной 120 мм, внутри которой происходит испарение введенной пробы. Лайнер герметизируется в верхней части резиновым кольцом 11.

В верхней части корпуса испарителя устанавливается адаптер, фиксируемый гайкой 3.

Ввод пробы в испаритель осуществляется с помощью микрошприца через мембрану 9, устанавливаемую в адаптер. Для герметизации мембрана сжимается гайкой 4.

Вентилятор, устанавливаемый на силовой кожух, охлаждает адаптер и мембрану.

Тепловая шайба 13 может быть установлена (из комплекта ЗИП) для прогрева до более высокой температуры верхней части испарителя и минимизации потерь высококипящих компонентов пробы.



1 – вентилятор 5.883.013, 2 – трубопровод газа-носителя, 3 – гайка адаптера 8.930.222, 4 – гайка 6.482.013, 5 – заглушка, 6 – кожух 6.430.487, 7 – корпус испарителя 6.113.097, 8 – нагреватель 8.020.004, 9 – мембрана, 10 – адаптер 5.889.022-01, 11 – кольцо 8.683.032, 12 – сбросной штуцер (заглушен), 13 – тепловая шайба 8.940.007, 14 – лайнер, 15 – нижний штуцер корпуса испарителя, 16 – штуцер для подключения насадочной колонки 8.652.376-02.

Рисунок 1.2 – Конструкция испарителя насадочного 7.2

1.3.2 Установка (замена) лайнера

Замену лайнера рекомендуется проводить перед началом работы при выключенном приборе и охлажденном испарителе и термостате колонок.

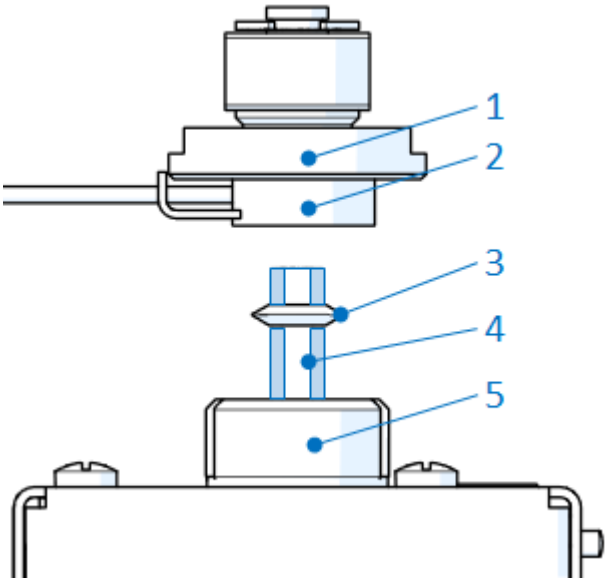


Прикосновение к верхним частям испарителя, работающего на температурах свыше 300 °С, может приводить к ожогам.

Порядок действий при установке (замене) лайнера:

- Перед установкой лайнера в испаритель, на лайнер 4 надевают резиновое кольцо 3 на расстоянии 4-5 мм от верхнего торца.
- Затем лайнер устанавливается в корпус 5 испарителя и прижимается сверху адаптером 2. Адаптер удерживается навинчиваемой на испаритель гайкой 1.

При затягивании гайки адаптера испарителя и гайки септы не следует прилагать чрезмерных усилий. Обычно достаточно усилия затяжки от руки.



1 – прижимная гайка адаптера, 2 – адаптер, 3 – резиновое кольцо, 4 – лайнер, 5 – корпус испарителя

Рисунок 1.3 – Порядок установки лайнера

1.3.3 Подключение газов

Подключение РРГ10 к испарителю насадочному

- Поддерживается точный массовый расход при программировании температуры термостата колонок.
- Возможно задание другого значения расхода при продувке.
- Задающее воздействие: РРГ10 – расход.

Подключение РРГ11 к испарителю насадочному:

- Минимальный бросок давления, вызванный испарением (вводом) пробы.
- Возможность реализации ввода пробы с импульсом давления.
- Программирование давления газа–носителя.
- Задающее воздействие: РРГ11 – давление.

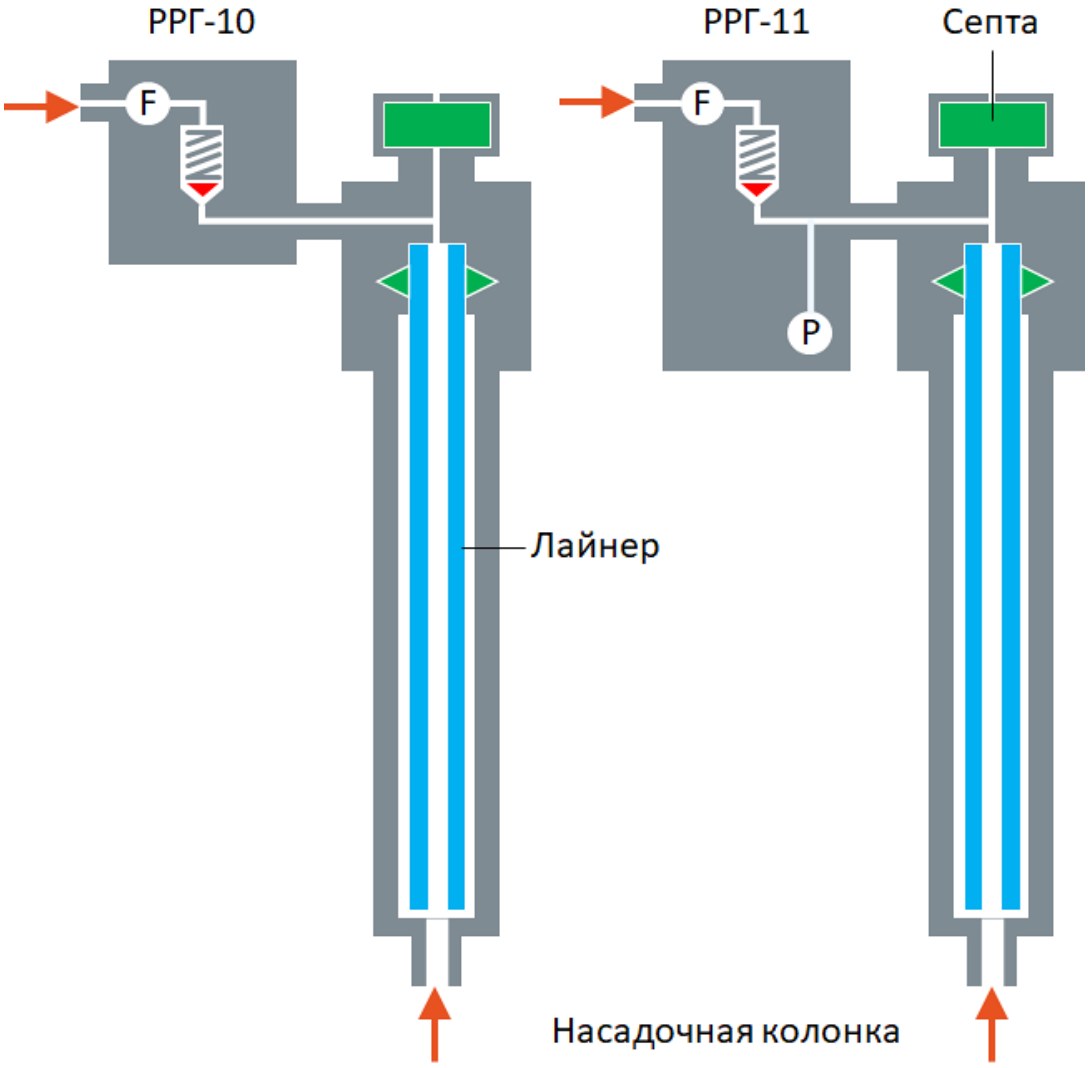


Рисунок 1.4 – Подключение РРГ-10 или РРГ-11 к испарителю насадочному

1.3.4 Подключение насадочных колонок

Подготовка и установка обычных насадочных колонок (тип 1) подробно описана в разделе 4.1. Операции с насадочными колонками", часть 1 РЭ. В этом случае используется стандартно поставляемый штуцер 8.652.376-02 (Рисунок 1.2).

Установка колонки с удлиненным концом (тип 2)

Колонка с удлиненный хвостом позволяет вводить пробу непосредственно в колонку, применяется для уменьшения размывания пика растворителя (Рисунок 1.5). Перед установкой лайнер извлекается из испарителя.

- На колонку устанавливается комплект гаек и муфт для герметизации.
- Отсоединяется штуцер 16 (Рисунок 1.2) и вместо него устанавливается штуцер 8.652.376-02-06 (приобретается по заказу). Штуцер заворачивается с усилием "от руки", после чего затягивается ключом.
- Длинный конец колонки вставляется в испаритель, затем на него надевают резиновое кольцо 11 на расстоянии (4–5) мм от верхнего торца, аналогично установке лайнера.
- Закручивается гайка крепления колонки к детектору (правая) с усилием "от руки".
- Затем устанавливается адаптер 10 и удерживающая его гайка 3.
- Закручивается гайка крепления колонки к испарителю (левая) с усилием "от руки".
- При необходимости левая и правая гайки колонки доворачиваются ключом.

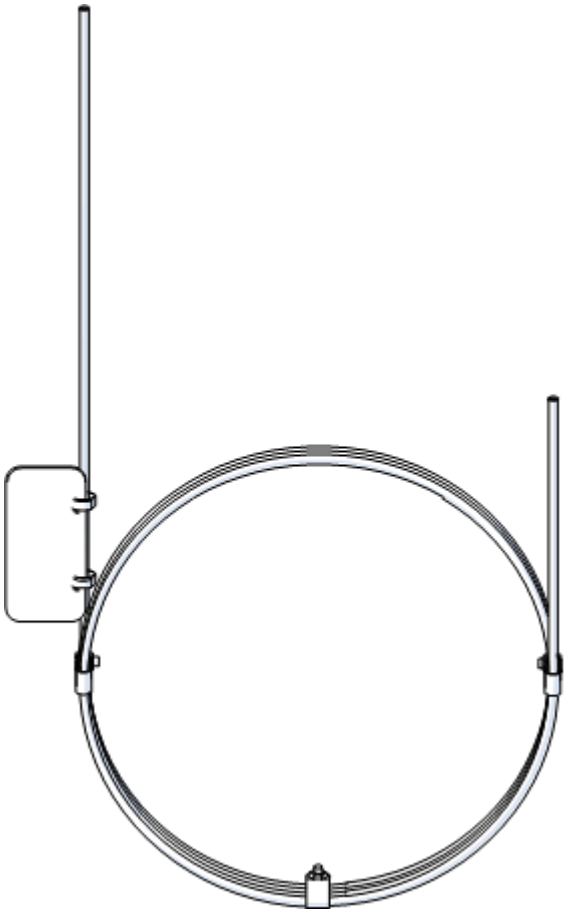


Рисунок 1.5 – Колонка с удлиненным концом

1.4 Испаритель капиллярный 7.2

Испаритель капиллярный предназначен для ввода пробы в капиллярную колонку внутренним диаметром от 0.05 до 0.53мм в режиме с делением (split) или без деления потока (splitless). Испаритель имеет электронное управление потоков, подробнее см. раздел 1.4.4. При необходимости испаритель может быть переконфигурирован для работы с насадочной колонкой (раздел 1.4.9).



Прикосновение к верхним частям испарителя, работающего на температурах свыше 300 °С, может приводить к ожогам.

Корпус испарителя, с установленным на него нагревателем, верхней частью соединяется с силовым кожухом 6. Силовой кожух позволяет ориентировать корпус испарителя относительно вертикальной оси. Конструкция силового кожуха едина для всех исполнений испарителей.

Корпус испарителя имеет штуцер 12, предназначенный для подключения трубопровода сброса пробы. При использовании испарителя в качестве насадочного штуцер заглушается.

В нижней части на корпус испарителя устанавливается деталь 18 (упор) для подключения капиллярной колонки.

Лайнер 14, устанавливаемый внутрь корпуса испарителя, представляет собой стеклянную трубку длиной 120 мм, внутри которой происходит испарение введенной пробы. Лайнер герметизируется в верхней части резиновым кольцом 11.

В верхней части корпуса испарителя устанавливается адаптер, фиксируемый гайкой 3. Адаптер 10 имеет два противоположно расположенных трубопровода: газа-носителя 2 и сброса с мембраны 5. Отличие между ними – трубопровод обдува мембраны 5 короче трубопровода газа-носителя 2.

Ввод пробы в испаритель осуществляется с помощью микрошприца через мембрану 9, устанавливаемую в адаптер. Для герметизации мембрана сжимается гайкой 4. Вентилятор, устанавливаемый на силовой кожух, охлаждает адаптер и мембрану.

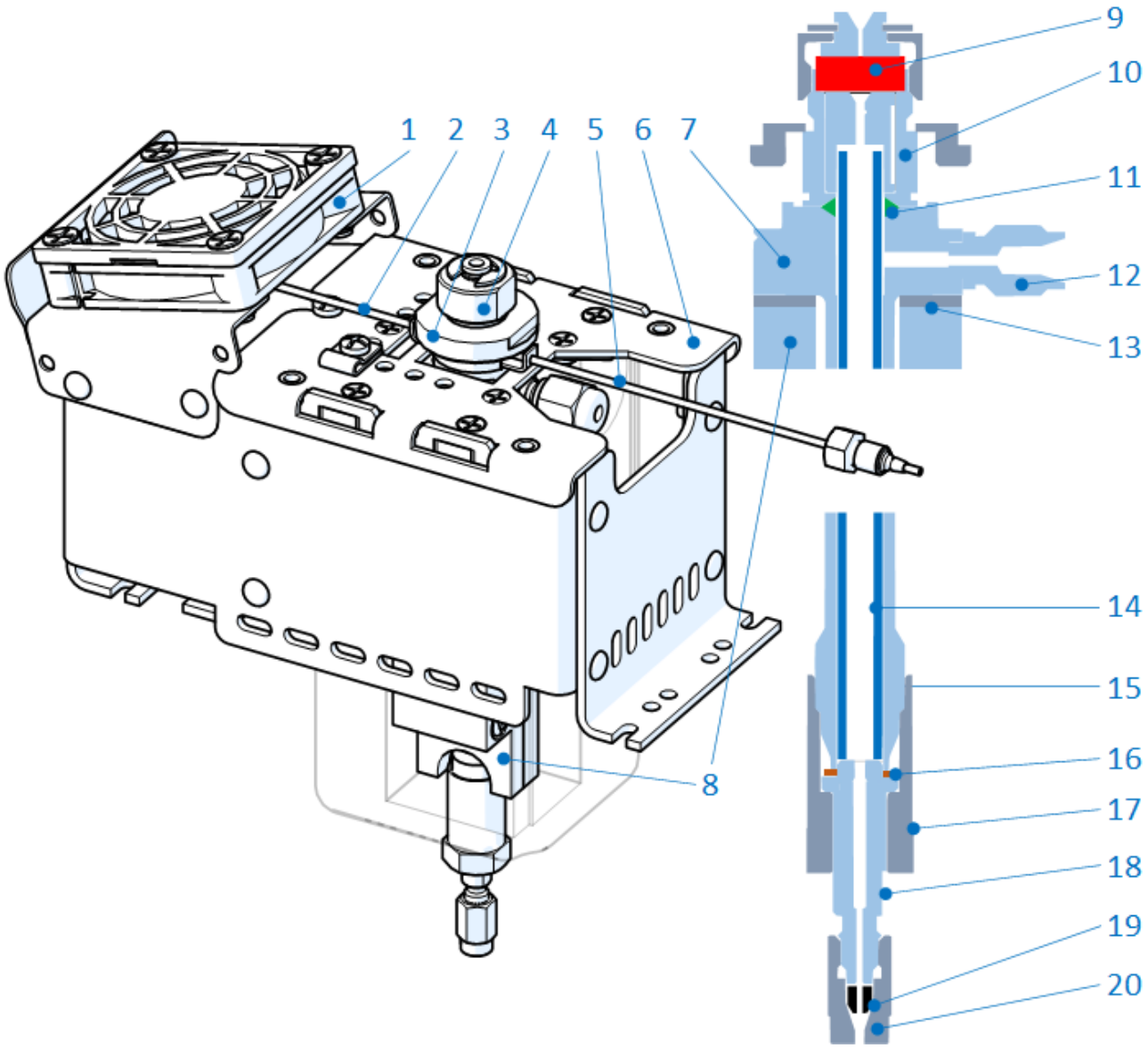
К трубопроводу 2 для подачи газа-носителя в испаритель подключается электронный регулятор РРГ11.А2-2(В2-02). К трубопроводу 5 подключается формирователь потока обдува мембраны, в качестве которого может быть механический регулятор давления 5.157.012 (см. рисунок ниже) или по заказу электронный регулятор РРГ10Д-02.

Тепловая шайба 13 может быть установлена (из комплекта ЗИП) для прогрева до более высокой температуры верхней части испарителя и минимизации потерь высококипящих компонентов пробы.

Быстросъемный вариант испарителя 7.2 капиллярного содержит электрические разъемы (нагреватель и датчик температуры), размещенные в доступной части аналитической платформы.

1.4.1 Конструкция испарителя

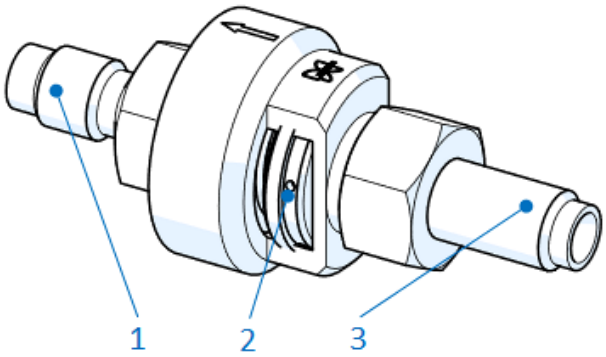
Не прикасайтесь к верхней части испарителя (гайки 3, 4 когда он нагрет. Это может привести к ожогам. Техническое обслуживание испарителя проводите после его охлаждения до температуры ниже 50 °С.



1 – вентилятор 5.883.013, 2 – трубопровод газа-носителя, 3 – гайка адаптера 8.930.222, 4 – гайка мембраны 6.482.013, 5 – обдув мембраны, 6 – кожух 6.430.487, 7 – корпус 6.113.097, 8 – нагреватель 8.020.004, 9 – мембрана, 10 – адаптер 5.889.021-01, 11 – кольцо 8.683.032, 12 – сбросной штуцер, 13 – тепловая шайба 8.940.007, 14 – лайнер, 15 – нижний штуцер корпуса испарителя, 16 – шайба 8.940.008, 17 – штуцер 8.652.685 для установки капиллярной колонки, 18 – упор 6.278.006 для лайнера 99мм или 8.278.006-01 для лайнера 113мм или 6.278.006-02 для лайнера длиной 95 мм, 19 – феррула, 20 – гайка капиллярной колонки 8.930.339.

Рисунок 1.6 – Конструкция испарителя капиллярного 7.2

Регулятор давления 5.157.012 имеет встроенное пневмосопротивление и может поддерживать расход (1-5) мл/мин при давлении на входе регулятора от 10 до 1000 кПа. Направление движения газа через регулятор указано стрелкой на корпусе. Настройка расхода газа через РД осуществляется вращением регулировочного элемента. Регулятор устанавливается в канале обдува мембраны испарителя.

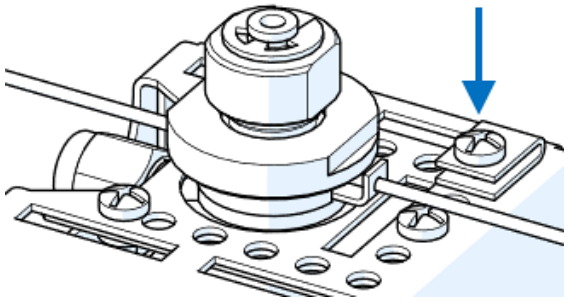


1 – выход, 2 – регулировочный элемент, 3 – вход

Рисунок 1.7 – Регулятор давления 5.157.012

Обдув мембраны необходим для исключения попадания продуктов термического разложения мембраны в поток газа-носителя и хроматографическую колонку. Оптимальный поток обдува мембраны равен (2-5) мл/мин. Электронный регулятор РРГ10Д-02 имеет возможность программного задания потока обдува мембраны (септы) для оптимальной работы в различных режимах ввода и в режиме экономии газа-носителя.

На время транспортировки хроматографа, трубопровод обдува мембраны 4 закрепляется при помощи хомута на кожухе 6. После установки хроматографа на месте, необходимо освободить трубопровод 4, выкрутив винт хомута (Рисунок 1.8). В противном случае, снятие адаптера 9 с испарителя будет невозможно. При необходимости повторной транспортировки хроматографа, трубопровод снова следует закрепить.



Вывернуть указанный винт

Рисунок 1.8 – Освобождение трубопровода от транспортной фиксации

1.4.2 Лайнеры для испарителя капиллярного 7.2

В лайнере 14 (Рисунок 1.6) происходит процесс перехода жидкой пробы в газообразное состояние.

В испарителе используются лайнеры:

- длиной 113 мм, при этом в испаритель устанавливается упор 17 (6.278.006-01);
- длиной 99 мм, используется длинный упор 6.278.006 (подходят коммерчески доступные лайнеры для испарителя SPL–14 хроматографа Shimadzu 14/15A/16);
- длиной 95 мм, описание не представлено в настоящем РЭ, доступны по каталогам Restek, SGE. Для лайнеров длиной 95мм используется упор 6.278.006-02 (поставляется по заказу).

Лайнер представляет собой трубку из стекла с наружным диаметром 5 мм, длиной 113 мм или 99 мм. Внутри трубки для улучшения процесса испарения может находиться набивка из стекловолокна, стекловаты, или другого химически инертного материала. Ниже представлен перечень возможных лайнеров испарителя 7.2 капиллярного. Кольцо 8.683.032 в комплект лайнера при поставке не входит.

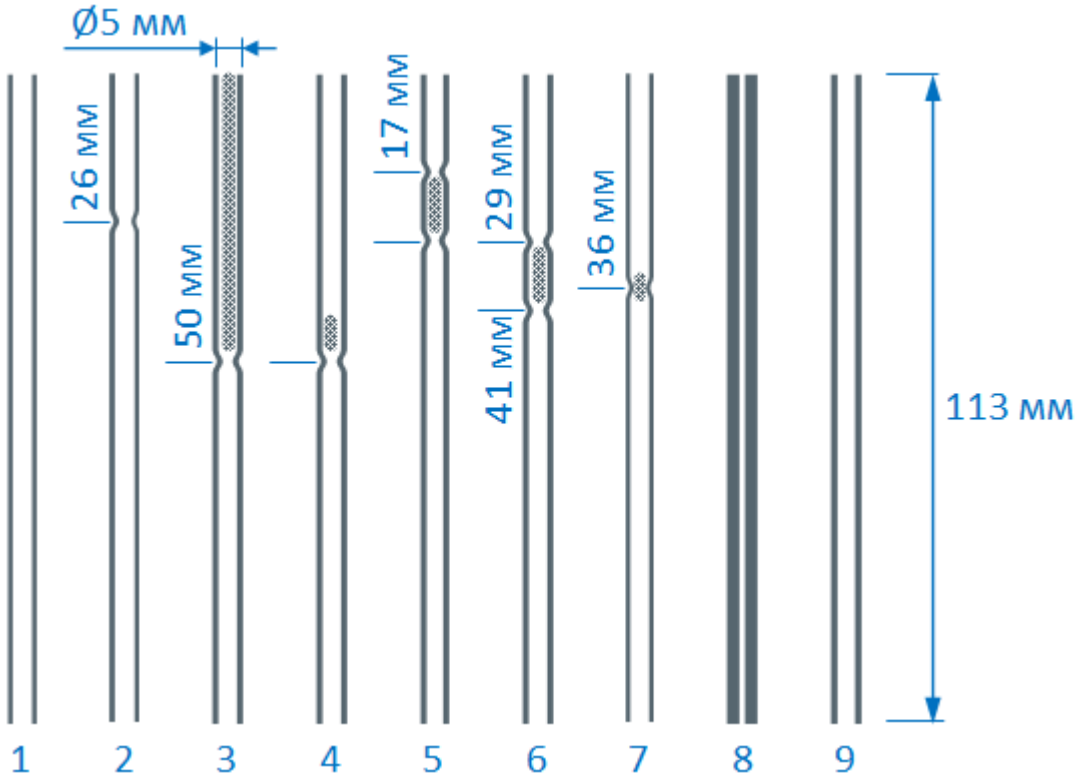


Рисунок 1.9 – Лайнеры длиной 113 мм

Таблица 1.6 – Лайнеры длиной 113 мм

Номер на рисунке	Обозначение	Набивка	Назначение
1	7.352.054	Без набивки	Ввод пробы в капиллярную или насадочную колонку. Для использования с частой заменой набивки. Для ручного и автоматического ввода.
2	7.352.057	Без набивки	Предназначен для анализа ССЖ в соответствии с действующей нормативной документацией. Для автоматического ввода[1].
3	6.236.034	Стекловолокно	Ввод пробы в капиллярную колонку. Для общего применения. Для ручного и автоматического ввода
4	6.236.034-01	Кварцевое волокно	Ввод пробы в капиллярную колонку. Для анализа проб, содержащих температурно-нестабильные компоненты. Для ручного и автоматического ввода
5	6.236.078	Кремнеземная нить	Ввод пробы в капиллярную колонку. Нормированное сопротивление. Рекомендован для анализа водно-спиртовых жидкостей, образующих большой объем газа при испарении. Для автоматического ввода[1]. Имеются ограничения по применению.[2]
6	6.236.078-01	Кремнеземная нить	Ввод пробы в капиллярную колонку. Нормированное сопротивление. Рекомендован для анализа водно-спиртовых жидкостей, образующих большой объем газа при испарении. Для ручного ввода. Имеются ограничения по применению.[2]
7	6.236.078-02	Кварцевое волокно	Предназначен для анализа ССЖ в соответствии с действующей нормативной документацией. Для автоматического ввода
8	7.352.066	Без набивки	Уменьшение размывания пробы в испарителе. Для работы с термодесорбером, дозатором равновесного пара, дозатором сжиженных газов.
9	8.236.430	Без набивки	Металлический. Для прямого ввода в капиллярную колонку. В сборе (пружина, вставка, лайнер) 6.236.233-01

[1] Для ДАЖ–2М с иглой 43 мм с зав. № 4121 и выше.

[2] Рекомендации по проведению анализа по ГОСТ 30536-2013 (ГОСТ Р 51698) (ссылка на сайт СКБ "Хроматэк"). Лайнеры, рекомендованные для анализа, дополнительно приведены в руководстве по эксплуатации по проведению анализа.

Таблица 1.7 – Лайнеры длиной 99 мм

Назначение	**Кат. № упаковок (Restek)**
Лайнер для Splitless–режима. Анализ следовых концентраций. Может набиваться стекловатой. Универсальное назначение, может применяться для Split–режима. Объем 640 мм3.	№20860 или #09200831 SGE

Особенности применения лайнеров длиной 113 мм

Лайнер 7.352.054 (без набивки) используется в следующих случаях:

- в испаритель вводится газовая или легко испаряемая жидкая проба, которая с воспроизводимым постоянством попадает в хроматографическую колонку;
- проба не содержит нелетучие или тяжелолетучие компоненты, способные загрязнять хроматографическую колонку;
- при работе испарителя с термодесорбером, дозатором равновесного пара, краном-дозатором сжиженных газов, пиролитическим испарителем, дозатором твердых проб, парогазовым дозатором. В данном случае, для уменьшения размывания пробы также рекомендовано применять лайнер 7.352.066
- применение лайнера с набивкой невозможно в силу взаимодействия ее с компонентами пробы.

Эта модификация лайнера более удобна в эксплуатации при необходимости частой замены набивки, например, при анализе сильно загрязненных образцов.

Лайнер 6.236.034 имеет "шейку" для стабильного расположения набивки в камере. Набивка размещается над "шейкой" в области расположения конца иглы (длиной 51 мм) при вводе пробы шприцем. Набивка в лайнере обеспечивает эффективное испарение и перемешивание пробы в газовом потоке при работе в режиме с делением потока (split).

Лайнер используется в следующих случаях:

- вводимая жидкая проба содержит нелетучие или тяжелолетучие компоненты, способные загрязнять хроматографическую колонку;
- в силу характера пробы, на пустом лайнере невозможно воспроизводимо ввести пробу в хроматографическую колонку;
- капиллярный испаритель работает в режиме ввода пробы с делением / без деления потока;
- выбранная набивка не взаимодействует с компонентами пробы. При необходимости произведите замену набивки (см. ниже)

Лайнер 6.236.078-01 имеет узкую "шейку" для стабильного ввода иглы шприца в набивку лайнера (длина иглы 51мм). Рекомендации по применению этой модификации лайнера аналогичны предыдущей. Отличительная особенность: рекомендуется для ввода жидких проб, образующих большой объем газа при испарении.

Лайнер 6.236.078 аналогичен лайнеру 6.236.078-01, и предназначен для работы с ДАЖ с иглой 43 мм, набивка размещена выше по сравнению с лайнером 6.236.078-01.

Выбор материала набивки. Следует помнить, что в некоторых случаях использование набивки приводит к размыванию хроматографических пиков, особенно, если набивка очень плотная. В других случаях набивка может являться причиной сорбции или разложения анализируемых компонентов. Поэтому размещение набивки в лайнере и выбор материала набивки должны быть строго обусловлены поставленной задачей.

Материал набивки выбирается из соображений химической инертности и отсутствия сорбции компонентов анализируемой пробы. Набивку лайнера стекловатой или стекловолокном выполняют в перчатках, чтобы сохранить материал в чистоте.

В стандартный лайнер для капиллярного испарителя устанавливается набивка из обожженной стеклоткани, по свойствам аналогичной необработанной стекловате; рекомендуется для анализа легколетучих полярных и неполярных органических веществ.

Для анализа следовых количеств пестицидов, сильнодействующих лекарственных веществ, и других высококипящих органических соединений рекомендуется применять силанизированную или кварцевую вату.

1.4.3 Установка (замена) лайнера

Замену лайнера рекомендуется проводить перед началом работы при выключенном приборе и охлажденном испарителе и термостате колонок.

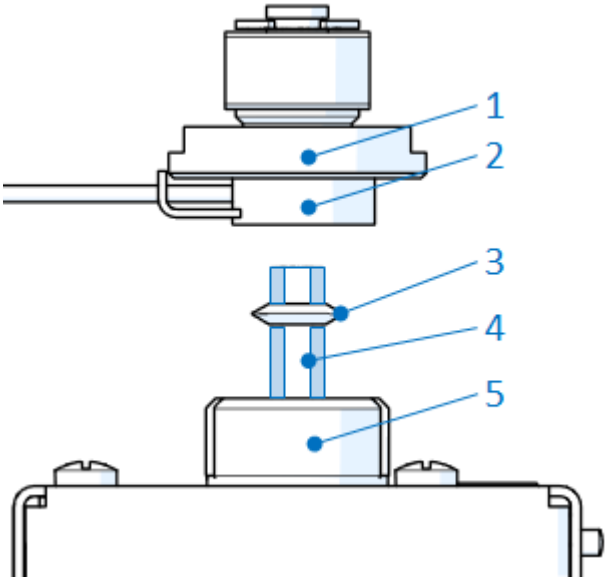


Прикосновение к верхним частям испарителя, работающего на температурах свыше 300 °С, может приводить к ожогам.

При использовании лайнера другой длины необходимо заменить упор 17 (Рисунок 1.6).

Порядок установки лайнера испарителя капиллярного:

- Перед установкой в испаритель на новый лайнер 4 надеть резиновое кольцо 3 (8.683.032) на 1–2 мм ниже верхнего торца лайнера.
- Снять адаптер с испарителя. Для этого открутить гайку 1, затем осторожно поднять адаптер.
- С помощью крючка из комплекта ЗИП или пинцета вынуть старый лайнер.
- Новый лайнер вставить в корпус 5 испарителя. Лайнер должен свободно опираться на упор.
- На испаритель установить адаптер 2 и гайку 1, прижимающую адаптер к корпусу. При навинчивании гайки адаптер проталкивает резиновое кольцо вниз; при этом лайнер остается прижатым к упору.



1 – прижимная гайка адаптера, 2 – адаптер, 3 – резиновое кольцо, 4 – лайнер, 5 – корпус испарителя

Рисунок 1.10 – Порядок установки лайнера

При затягивании гайки адаптера испарителя и гайки септы не следует прилагать чрезмерных усилий. Обычно достаточно усилия затяжки от руки.

- После выполнения процедуры включить хроматограф передать рабочий режим, температуру термостата колонок рекомендуется задать на уровне комнатной на 10 – 15 минут, чтобы отдуть кислород, попавший в испаритель после замены мембраны.
- Проверить герметичность испарителя в соответствии с разделом **Ошибка! Источник ссылки не найден.**.
- Если используется лайнер, набитый со стекловолокном, рекомендуется прогреть его при повышенной температуре (до 270 – 300°C) и большом сбросе пробы (> 1:50) в течение 30-60 минут для удаления летучих загрязнений. После прогрева лайнера необходимо провести холостой анализ без ввода пробы, убедиться в отсутствии ложных пиков.

1.4.4 Подключение газов

В испарителе используется электронное управление газовыми потоками. На входе в испаритель установлен регулятор РРГ11А2-02 (или регулятор на высокое давление). По каналу сброса пробы регулятор РРГ10-02 или (или регулятор расхода с расширенным диапазоном). По каналу обдува септы устанавливается механический или, по заказу, электронный регулятор РРГ10D-02. Регулятор РРГ11 поддерживает заданное давление на входе колонку. Регуляторы сброса пробы и обдува септы работают по заданной программе, поддерживая расход в соответствии с заданной методикой. Ниже показана схема подключения газовых регуляторов к испарителю капиллярному.

РРГ-11А2-02 обеспечивает поддержание давления максимально близко ко входу в капиллярную колонку благодаря вынесенному измерителю давления, что обеспечивает отличную повторяемость времен удерживания.

Для улавливания паров растворителя по линии сброса пробы устанавливается адсорбционный фильтр 5.884.048, "сбросной фильтр". Сбросной клапан 5.890.042-04 для препятствия попаданию загрязнений из фильтра сброса пробы в испаритель устанавливается опционально.

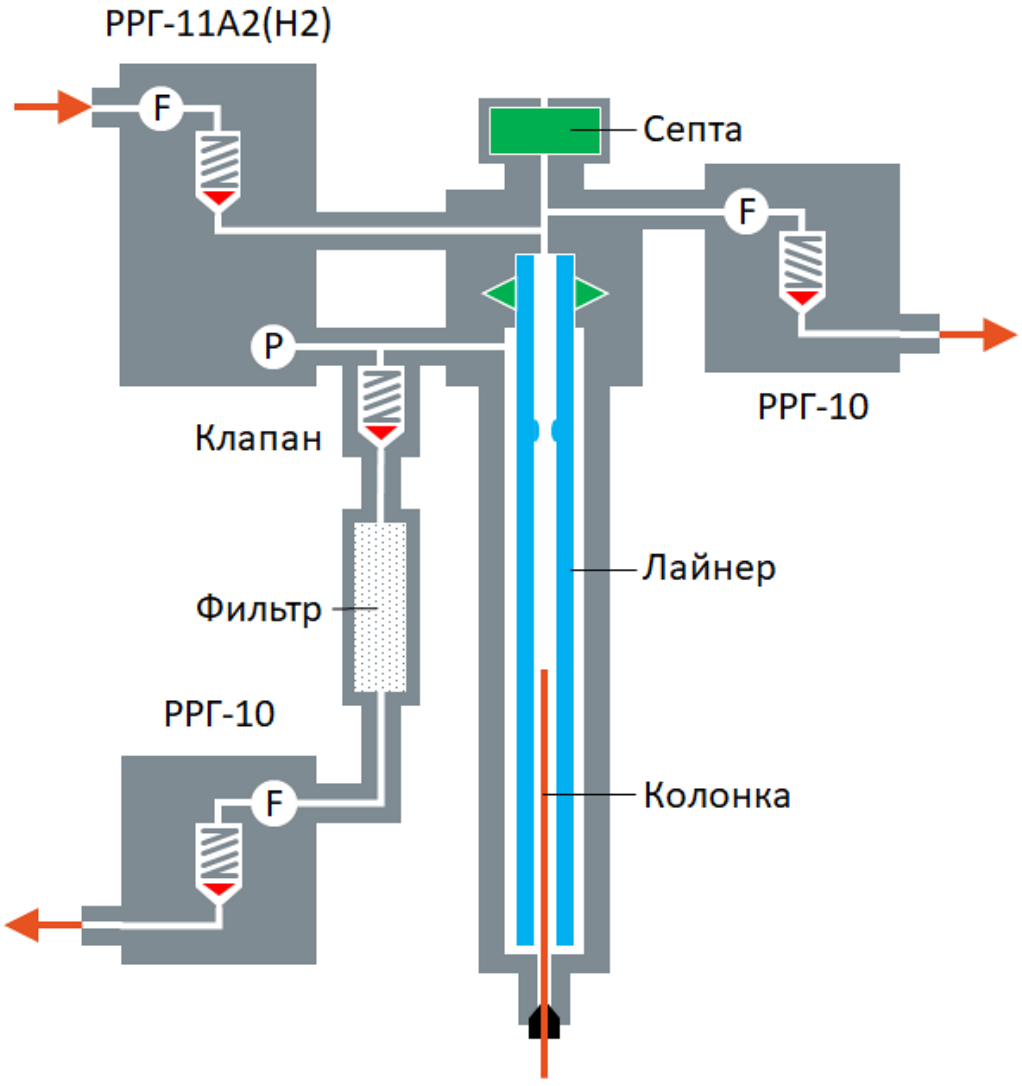


Рисунок 1.11 – Типичная пневматическая схема управления потоками испарителя

Альтернативная пневматическая схема (Рисунок 1.12) адаптированная для работы с широкими и короткими капиллярными колонками. Регулятор расхода газа РРГ10-02 поддерживает постоянный расход газа на входе в испаритель. Электронный регулятор давления РРГ11U-02 контролирует давление на входе в колонку и регулирует деление потока. Механический регулятор давления (по умолчанию) или электронный РРГ10D-02 (по заказу) управляет потоком обдува мембраны.

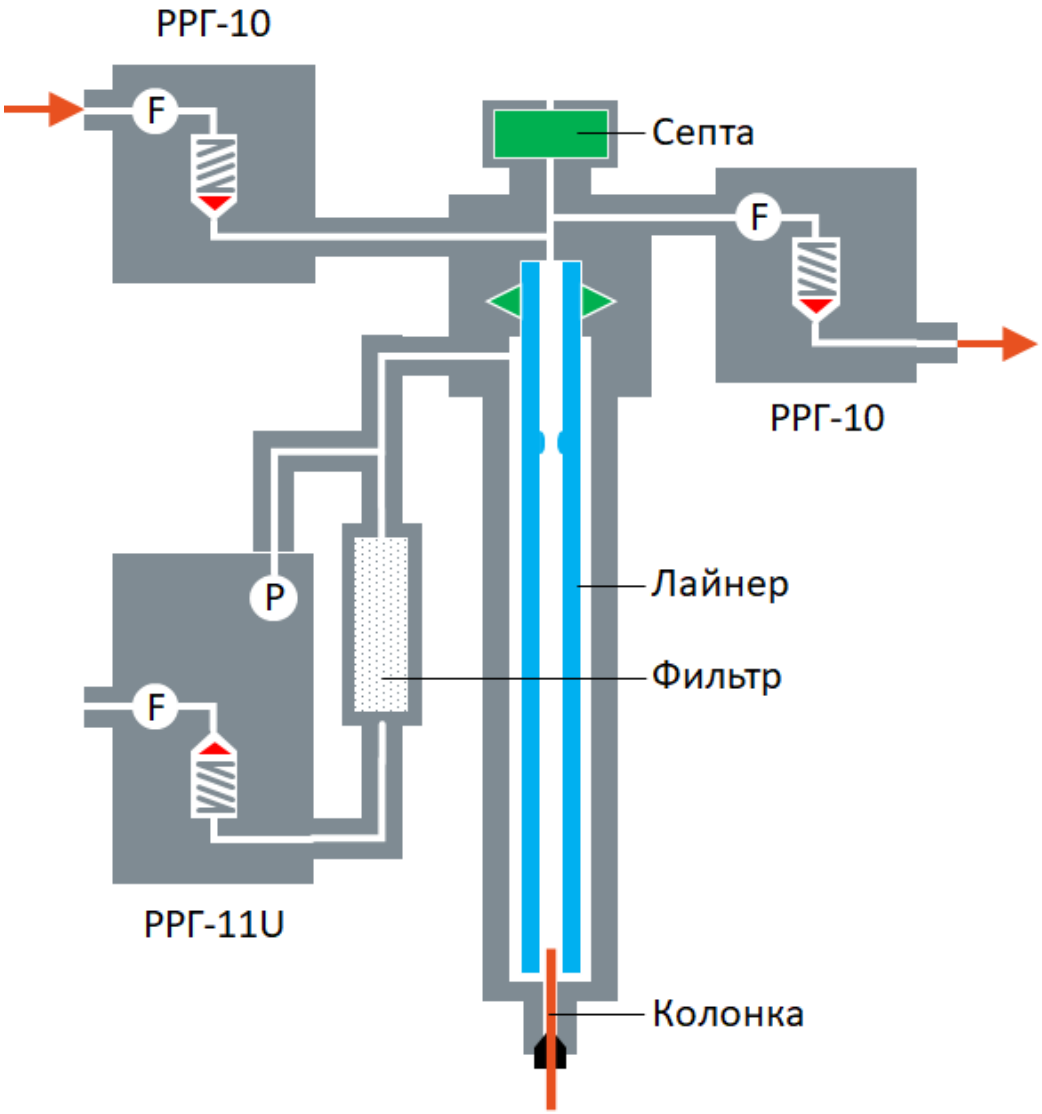
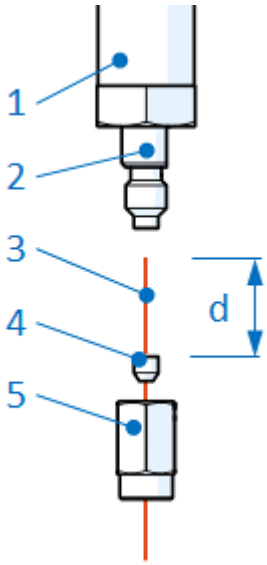


Рисунок 1.12 – Пневматическая схема управления потоками испарителя для широких капиллярных колонок

Информация по типам регуляторов расхода и давления приведена в РЭ Хроматографы газовые. Часть 1. Описания и работа. Общая информация.

1.4.5 Подключение капиллярной колонки

Капиллярная колонка уплотняется в штуцере переходника испарителя с помощью феррулы 18 (графит или веспел-графит) и гайки 19.



1 – гайка (8.652.685), 2 – упор лайнера (6.278.006 для лайнера 99 мм или 8.278.006-01 для лайнера 113мм или 6.278.006-02 для лайнера длиной 95 мм), 3 – колонка, 4 – феррула, 5 – гайка капиллярной колонки (8.930.339).

Расстояние от нижнего края гайки до конца колонки (d): 32±1мм для лайнера 113мм, 43±1мм для лайнера 99мм.

Рисунок 1.13 – Установка капиллярной колонки

Порядок установки колонки в испаритель:

- Надеть гайку 5 и феррулу 4 (конусом вниз) на конец колонки, устанавливаемой в испаритель;
- Отрезать конец колонки (5-20мм). Это позволит избежать попадания графита в колонку. Срез должен быть ровным, без сколов и трещин;
- Срезанный конец колонки протереть кусочком безворсовой ткани, смоченной в этаноле, для удаления пыли и других загрязнений;
- Расположить гайку 5 и феррулу 4 на требуемом расстоянии (d) от конца колонки. Для удобства рекомендуется использовать шаблон 6.236.249 из комплекта ЗИП. Установить колонку в шаблон, выровнять кончик колонки по маркировке (1) для лайнера длиной 113 мм или (2) для лайнера 99 мм, закрутить гайку ключом на 60-90 градусов, обжимая феррулу, в штуцере шаблона таким образом, чтобы колонка была плотно зафиксирована феррулой. Затем ослабить гайку.
- Вставить колонку в испаритель, закрутить гайку усилием "от руки".
- Затем довернуть гайку ключом на 45-60 градусов так, чтобы колонку нельзя было вытянуть из гайки (колонка зафиксирована феррулой).

После установки колонки в испаритель, необходимо отдуть ее потоком газа-носителя от кислорода при комнатной температуре в течение 10-15 минут.

1.4.6 Управление газовыми потоками испарителя

Функции программирования РРГ-11А2 (Н2) позволяют задавать:

- давление, скорость или поток через капиллярную колонку;
- постоянное или программируемое давление, скорость или поток;
- ввод пробы при повышенном давлении (pulsed injection).

Функции регулятора сброса пробы (РРГ10) позволяют устанавливать:

- деление потока или поток по каналу сброса пробы;
- режимы ввода пробы с делением/без деления потока (split/splitless),
- режим экономии газа-носителя.

Регулятор РРГ-11 формирует давление на входе в капиллярную колонку. При работе в режимах скорость и поток эти величины автоматически пересчитываются в давление. Рекомендуемый поток газа-носителя через колонку, в зависимости от типа газа и внутреннего диаметра колонки приведен ниже (Таблица 1.8).

Электронный регулятор по каналу обдува септы (если установлен) программно задает расход газа или отключает поток и в режиме экономии газа и при вводе без деления потока.

Таблица 1.8 – Оптимальные потоки газов для капиллярных колонок

Внутренний диаметр колонки, мм	**Поток газа–носителя, мл/мин**		
	Водород	**Гелий**	**Азот**
0,05	0.3 – 0.5	0,2 – 0,3	–
0,1	0.5 – 0.8	0,3 – 0,5	–
0,18	0.7 – 0.9	0,5 – 0,7	0,35 – 0,5
0,25	1.3 – 1.8	0,8 – 1,3	0,6 – 1,0
0,32	2 – 3	1,5 – 2	1 – 1,5
0,53	6 – 8	4 – 6	3 – 4

1.4.7 Ввод проб с делением потока (split)

Ввод пробы с делением потока используется при вводе сравнительно высоких концентраций компонентов (≈50 ppmw и выше).

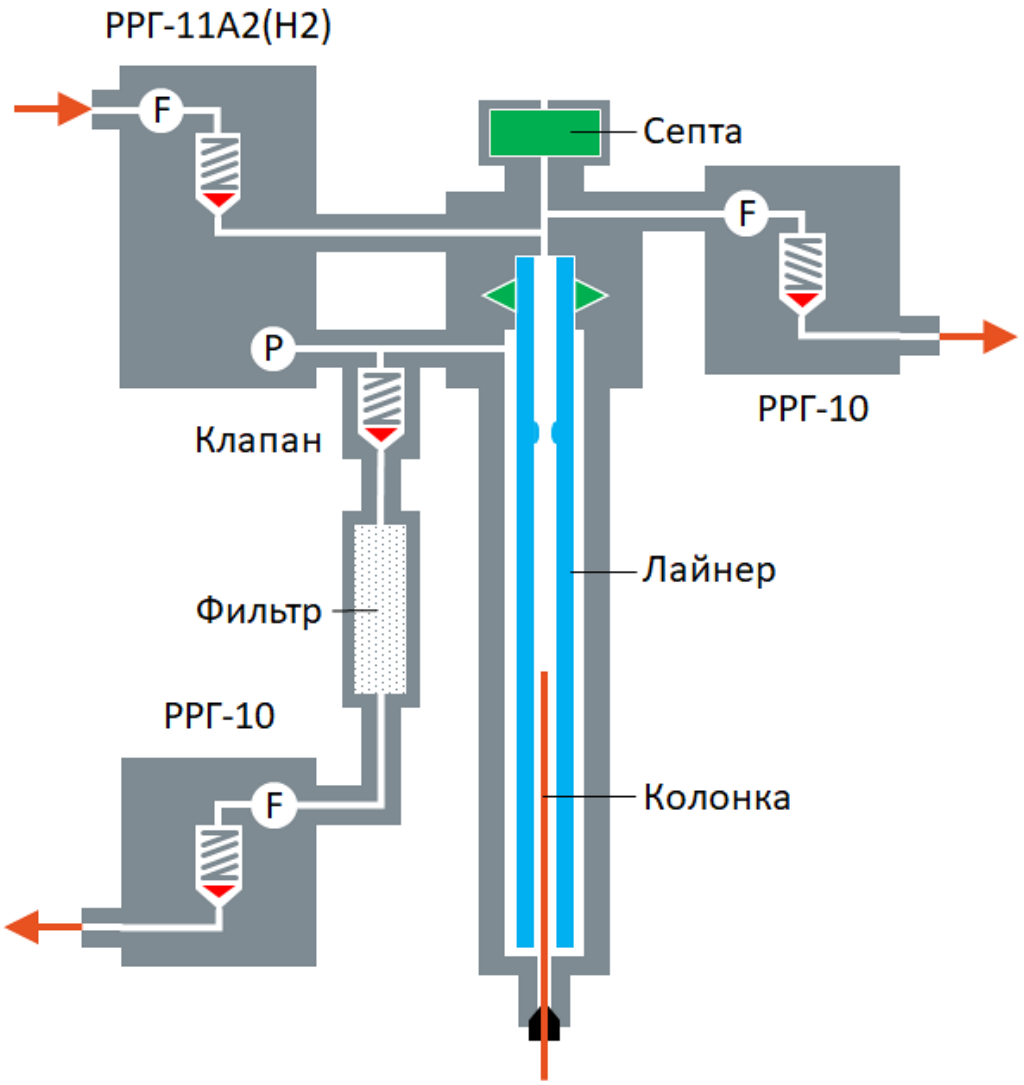


Рисунок 1.14 – Схема работы испарителя в режиме с делением потока

При работе испарителя в режиме с делением потока, проба вводится в нагретый испаритель и мгновенно испаряется. В капиллярную колонку попадает небольшая часть пробы, остальная проба сбрасывается в соответствии с установленным коэффициентом деления потока пробы. Для воспроизводимого ввода в капиллярную колонку в режиме с делением потока проба должна быстро испаряться и эффективно перемешиваться с газом-носителем. Для этой цели применяются лайнеры различной конфигурации (см. раздел Лайнеры для капиллярного испарителя).

Рекомендации по заданию режима хроматографа при вводе пробы с делением потока приведены ниже.

Температура испарителя при работе в режиме с делением потока обычно выбирается на (50–100) °С выше температуры кипения самого высококипящего анализируемого компонента. Следует избегать чрезмерно высоких температур испарителя. Это может привести к появлению ложных пиков – низкомолекулярных продуктов деструкции мембраны испарителя, или появлению химических превращений компонентов пробы при испарении образца.

Объем вводимой пробы в испаренном состоянии не должен превышать объема лайнера (0,8 мл для лайнера длиной 113 мм). Это необходимо для получения очень узких исходных зон на входе в колонку. Максимальный объем вводимой пробы зависит от свойств растворителя (молекулярная масса, температура кипения), рабочей температуры и давления в испарителе. Для воды максимальный объем пробы не превышает 0,7 мкл, для метанола, этанола, ацетонитрила – 1,5 мкл, для ацетона, диэтилового эфира, хлороформа – 2 мкл, для гексана, толуола, изооктана – 4 мкл.

Оптимальные **рабочие параметры входного регулятора давления** (давление, скорость или поток) зависят от природы газа-носителя, параметров колонки и определяются поставленной задачей.

Коэффициент деления потока для колонок внутренним диаметром (0,25-0,32) мм обычно составляет 1/15 – 1/100, для широких колонок (0,53 мм) – от 1/5 до 1/20, для узких колонок (0,15-0,2) мм – от 1/40 до 1/200. Во избежание размывания пробы в испарителе низкие отношения коэффициента деления потока рекомендуется сочетать с фокусированием пробы в начале колонки.

Задание рабочих параметров регулятора сброса можно провести либо непосредственным заданием расхода, либо заданием коэффициента деления потока, который затем пересчитывается в расход.

Температура колонки. Возможно применение как изотермического режима, так и программирования температуры термостата колонок.

Экономия газа. Ввод пробы с делением потока при больших значениях сброса пробы рекомендуется сочетать с экономией газа-носителя. Для использования функции экономия газа при задании *Режима анализа* следует выбрать в параметре Режим ввода пробы: "С делением и экономией газа". Значение газа на этапе экономии (последней ступени расхода) рекомендуется задавать не меньше 10 мл/мин, чтобы избежать заброса летучих веществ из линии сброса в колонку между анализами и, как следствие, появления ложных пиков.

При использовании экономии газа и ручном вводе пробы хроматограф будет переходить на этап "Ожидание" после выхода всех параметров в норму, для перехода на этап "Готовность" следует нажать кнопку СТАРТ. Подробнее об этапе "Ожидание" описано в разделе 3.7.2, часть 1 РЭ.

1.4.8 Ввод проб без деления потока (splitless)

Ввод пробы без деления потока используется для определения низких концентраций компонентов, при этом вся проба испаряется и переводится в капиллярную колонку. Режим ввода пробы без деления потока применим, если анализируемые компоненты элюируются позже, чем растворитель.

Во избежание размывания хроматографических пиков при длительном переходе пробы из испарителя в колонку режим ввода пробы без деления потока необходимо совмещать с фокусированием анализируемых компонентов в начале колонки. Поэтому в режиме без деления потока возможно определение только тех компонентов, которые можно сконцентрировать на входе в колонку.

Ввод пробы без деления потока состоит из следующих этапов

- Перед вводом пробы регулятор РРГ-10 и клапан в линии сброса пробы и РРГ10 по каналу обдува септы (если установлен) закрывается. Схема работы испарителя в режиме без деления потока в момент ввода пробы (Рисунок 1.15). Температура колонки установлена таким образом, чтобы анализируемые компоненты фокусировались в начале колонки.
- Проба вводится в нагретый испаритель и испаряется.
- В течение (0,5–1,5) минуты происходит перенос пробы из испарителя в начало колонки.
- При попадании в колонку растворитель пробы постепенно уносится потоком газа, а анализируемые вещества остаются в начале колонки.
- Регулятор РРГ-10, клапан в линии сброса и РРГ10 по каналу обдува септы (если установлен) открывается, испаритель продувается от остатков пробы большим ((50-80) мл/мин) потоком сброса. Время продувки испарителя (1,0-3,0) минуты. По окончании продувки устанавливается небольшой поток сброса (10-20) мл/мин. Схема испарителя с открытым клапаном становится аналогичной режиму ввода пробы с делением потока.
- Температура колонки быстро увеличивается, анализируемые компоненты элюируются в виде узких пиков.

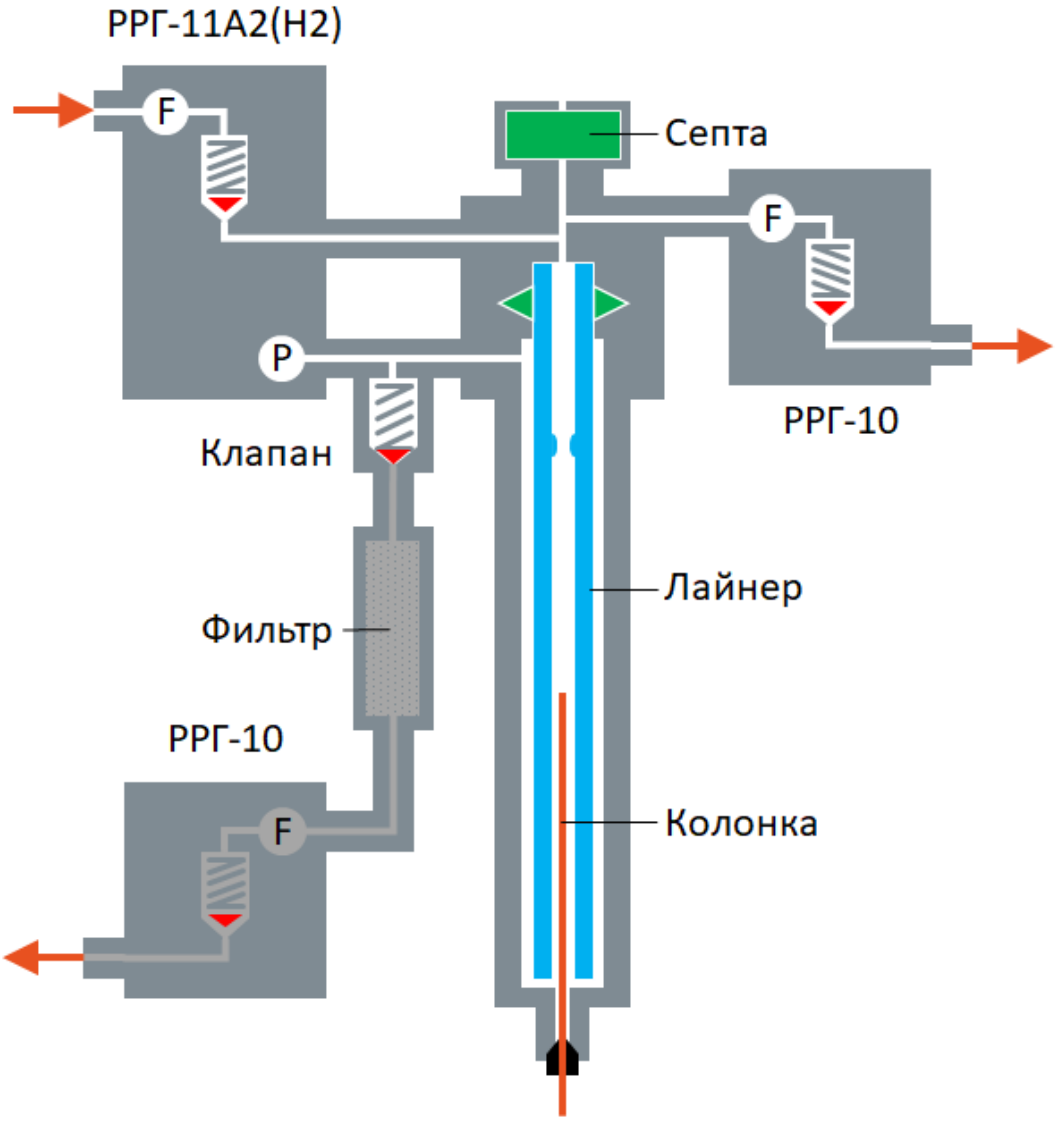


Рисунок 1.15 – Схема работы испарителя в режиме без деления потока

Рекомендации по заданию режима хроматографа при вводе пробы с делением потока приведены ниже.

Лайнер. Для ввода проб без деления потока рекомендуется применять лайнеры длиной 99 мм № 0920831 (по каталогу SGE). Применение набивки в лайнере не рекомендуется, так как это повысит вероятность разложения компонентов пробы. Для минимального разбавления пробы можно рекомендовать более узкие лайнеры, но необходимо учитывать, чтобы камера испарения не переполнялась.

Температура испарителя. Благодаря тому, что компоненты пробы сравнительно долго находятся в камере испарения, температура испарителя может быть ниже, чем при вводе пробы с делением потока. В большинстве случаев температура испарителя составляет от 200 до 280 °С. Анализ "грязных" проб требует более высоких температур.

Ввод пробы. Можно применять больший объем пробы, чем при вводе с делением потока, однако необходимо следить за тем, чтобы испаренная проба также помещалась в лайнере. При вводе пробы вручную предпочтителен метод ввода горячей иглой (предварительный разогрев пустой иглы шприца в испарителе). Скорость подачи пробы не должна превышать (1-2) мкл в секунду.

Температура колонки. При определении веществ, температура кипения которых ниже 150 °С, для уменьшения размывания пиков рекомендуется использовать эффект растворителя. Для реализации эффекта растворителя начальная температура колонки должна быть на (20–30) °С ниже температуры кипения растворителя. При определении более тяжелых веществ первая ступень температуры колонки может быть выше температуры кипения растворителя, но значительно ниже температур кипения анализируемых компонентов. Программирование температуры колонки начинается после продувки испарителя от остатков пробы и проходит с высокой скоростью (15–30) °С/мин.

Графики изменения расходов газов и температуры колонки при работе в режиме без деления потока с импульсом давления показаны ниже (Рисунок 1.16).

В приведенном примере входной регулятор РРГ-11 работает в "импульсном" режиме: повышенное давление в испарителе при вводе пробы обеспечивает более эффективный перенос пробы из лайнера в колонку. После ввода пробы, входное давление восстанавливается до нормального значения.

Последовательность ввода

- Если прибор находится на этапе "Ожидание" для перехода на этап "Готовность" нажимают кнопку СТАРТ.
- После выхода на этап "Готовность" регулятор сброса пробы закрывается.
- Вводят пробу и нажимают кнопку СТАРТ. При вводе пробы вручную предпочтителен метод ввода горячей иглой (предварительный разогрев пустой иглы шприца в испарителе). Скорость подачи пробы не должна превышать (1-2) мкл в секунду.
- Хроматограф переходит на этап "Анализ".
- В течение 0,5 – 1,5 минуты проба переходит из испарителя в колонку, затем регулятор сброса открывается, остатки пробы выдуваются из испарителя.

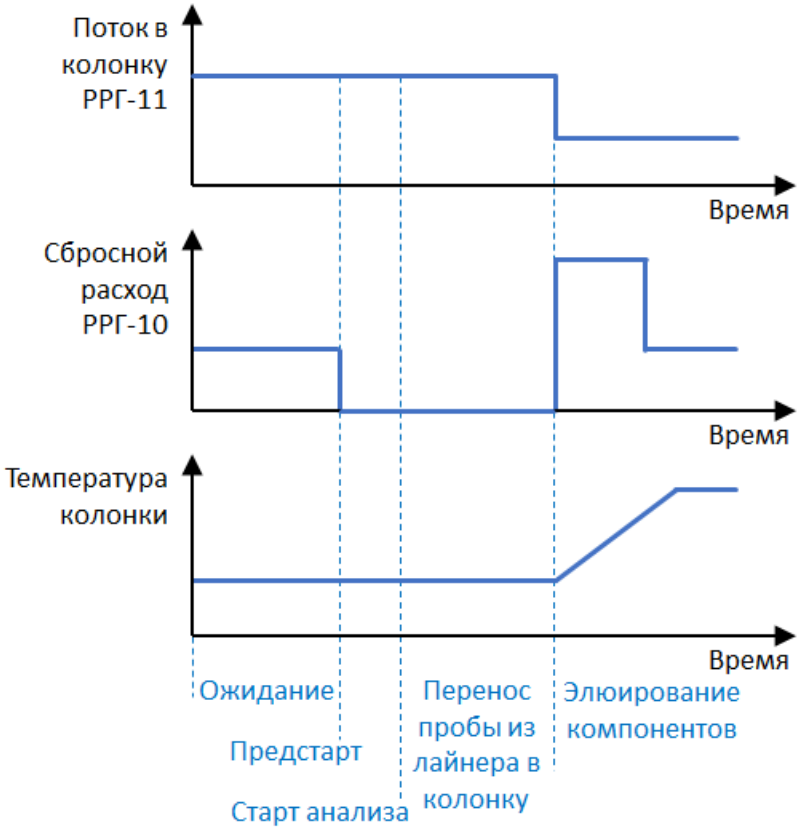


Рисунок 1.16 – Давление, расходы газов и температура колонки в режиме без деления потока

1.4.9 Работа капиллярного испарителя с насадочной колонкой

Капиллярный испаритель имеет сходную конструкцию с насадочным и может работать с насадочной колонкой. Перед разборкой испарителя термостат колонок должен быть охлажден, хроматограф должен быть выключен, капиллярная колонка должна быть снята с испарителя.

Подготовка испарителя к подключению насадочной колонки:

- В термостате колонок: снять с испарителя штуцер 17, упор 18, шайбу 16 (Рисунок 1.6). Вместо них установить на испарителе штуцер 8.652.376-02 из комплекта ЗИП испарителя, предназначенный для подключения насадочной колонки.
- Открутить гайку адаптера 5, снять адаптер с испарителя, отсоединить адаптер от регулятора расхода газа.
- При необходимости заменить лайнер.
- Установить новый адаптер 5.889.022-01 из комплекта ЗИП испарителя. Подключение газовых регуляторов испарителя капиллярного при работе с насадочной колонкой выполнить в соответствии с разделом 1.3.3.
- Штуцер сброса пробы испарителя заглушить с помощью заглушки 6.433.021 из комплекта ЗИП испарителя.
- Подключение насадочной колонки к испарителю выполнить в соответствии с разделом 1.3.4.

1.5 Испаритель капиллярный 7.3 программируемый, испаритель капиллярный 7.4 прямого ввода

1.5.1 Конструкция испарителей

Испарители 7.3 и 7.4 имеют единый конструктив - корпус с нагревателем и вентилятором для быстрого охлаждения при работе с программированием температуры.

Испарители предназначены для ввода пробы в капиллярную колонку внутренним диаметром от 0,05 до 0,53 мм.

Испаритель 7.3 обеспечивают варианты ввода пробы в колонку:

- ввод пробы непосредственно в колонку (on-column);
- ввод пробы с делением потока (split);
- ввод пробы без деления потока (splitless);
- ввод пробы с импульсом давления.

Испаритель 7.4 рекомендуется для прямого ввода в колонку.



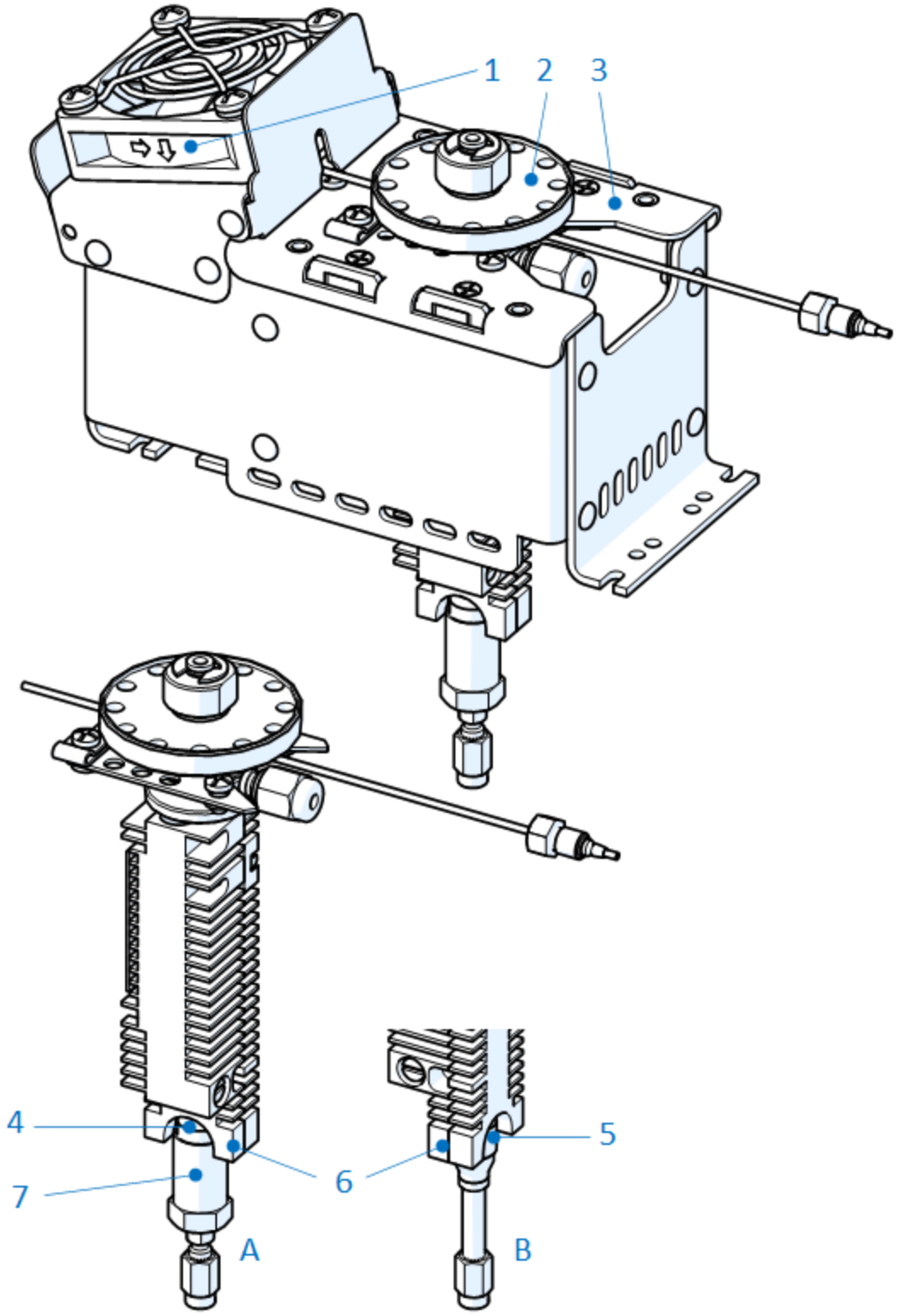
Прикосновение к верхним частям испарителя, работающего на температурах свыше 300 °С, может приводить к ожогам.

Максимальная скорость нагрева испарителя от 40 °С до 350 °С составляет 50 °С/мин. Время охлаждения от 350 °С до 40 °С при температуре термостата колонок 40 °С не более 7 минут. Вентилятор охлаждения автоматически включается после завершения этапа "Анализ" на хроматографе.

В испарителе 7.3 используются те же типы лайнеров, что и в испарителе 7.2. Подключение газов аналогично испарителю 7.2.

В испарителе 7.4 используется только металлический лайнер 8.236.430. В сборе (пружина, вставка, лайнер) 6.236.233-01.

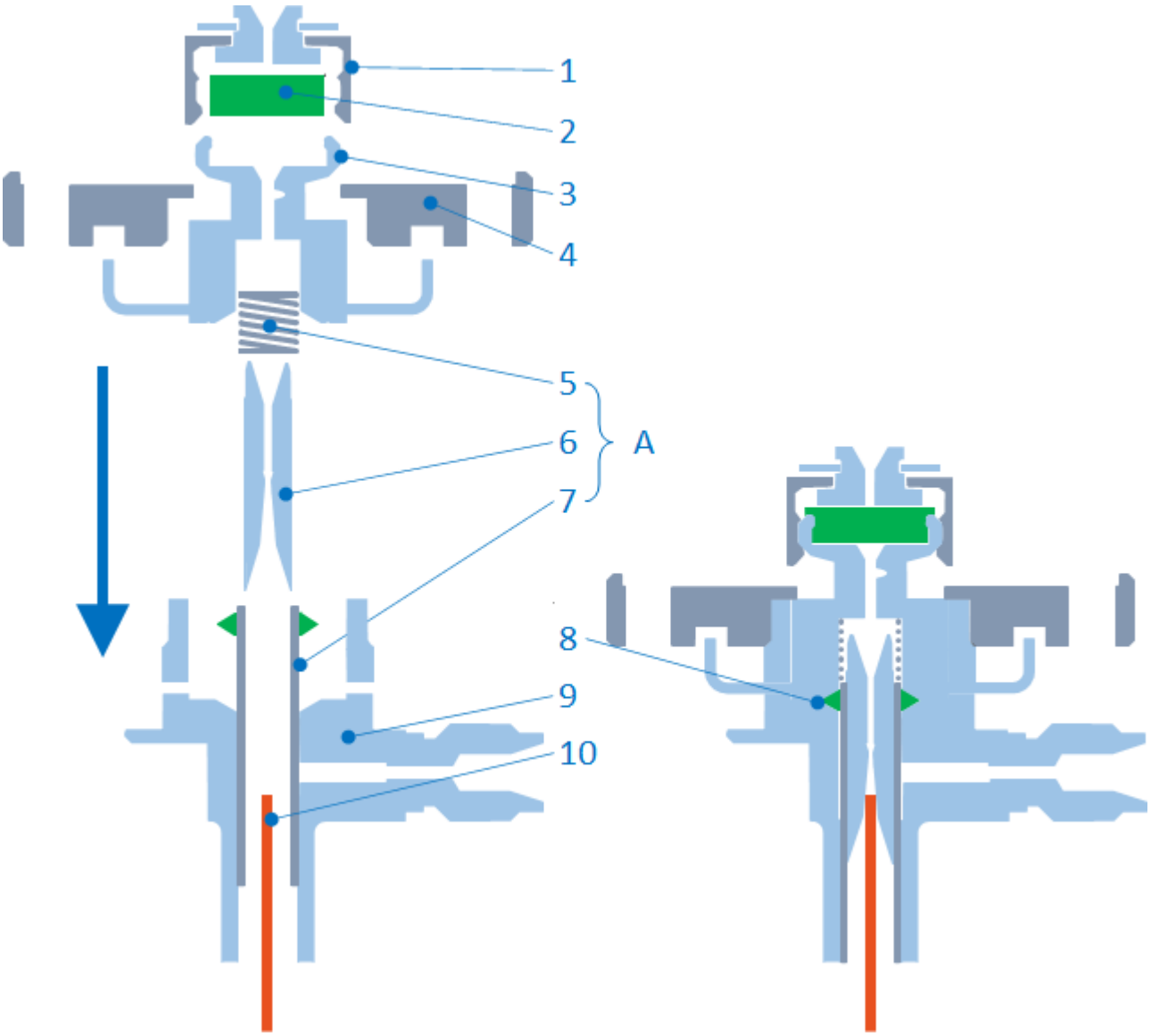
В испарителе 7.4 штуцер для подключения колонки несъёмный.



А – испаритель 7.3, В – испаритель 7.4

1 – вентилятор 5.883.013-01, 2 – гайка 8.936.128, 3 – кожух 6.430.487, 4-корпус 6.113.097-01, 5 – корпус 6.113.097-02, 6- корпус (8.035.341, 8.035.342), 7 – штуцер 8.652.685 (съёмный)

Рисунок 1.17 – Конструкция испарителей 7.3 и 7.4



1 – гайка 6.482.013, 2 – мембрана 7.010.019, 3 – адаптер 5.889.075, 4 – гайка 8.936.128, 5 – пружина 8.383.068, 6 – втулка 8.230.023, 7 – лайнер 8.236.430, 8 – кольцо 8.683.032,

9 – корпус 6.113.097-02, 10 – колонка капиллярная

А – лайнер 6.236.233-01

Рисунок 1.18 – Конструкция испарителей 7.3 и 7.4. В разрезе.

Рекомендуется применение специальной септы ВТО 11 мм (или аналогичной) из комплекта ЗИП испарителя.

1.5.2 Прямой ввод пробы в колонку (on-column)

Прямой ввод пробы в колонку позволяет исключить фракционирование компонентов пробы, поэтому при анализе проб имеющих широкий диапазон температур кипения компонентов вместо ввода в режимах с делением и без деления потока рекомендуется прямой ввод пробы.

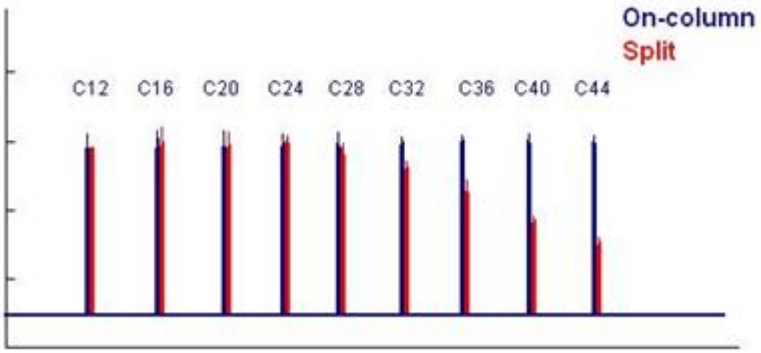


Рисунок 1.19 – Высоты пиков углеводородов при прямом вводе и при делении пробы в испарителе

При прямом вводе пробы начало колонки устанавливается в верхнюю часть испарителя так, чтобы игла микрошприца входила непосредственно в капилляр.

Проба вводится непосредственно в капилляр, после чего испаритель и термостат колонок нагреваются по заданной программе и компоненты пробы разделяются на хроматографической колонке.

Аппаратура

Испаритель для ввода пробы on-column должен иметь возможность программирования температуры как минимум в режиме следования за температурой колонки.

Микрошприц для ввода пробы должен иметь удлиненную иглу (70-100 мм), внешний диаметр которой должен быть меньше внутреннего диаметра капилляра. Для капилляра 0.53 мм подходят стандартные иглы с диаметром 0.47 мм и длиной 70 мм (например, микрошприц SGE-Chromatec-01-1мкл). При использовании более тонкого капилляра на входе необходимо выбрать соответствующий микрошприц.

При использовании капиллярной колонки с меньшим диаметром (0.25-0.32 мм) на входе к основной колонке можно установить предколонку из отрезка деактивированного кварцевого капилляра длиной 0.5-2 м, диаметром 0.53 мм. Длина предколонки выбирается из расчета 1 м капилляра на 1 мкл вводимой пробы. При использовании предколонки возможно применение стандартного микрошприца.

Лайнер

Вместо обычного лайнера необходимо установить лайнер 6.236.233-01 из комплекта ЗИП, который состоит из металлической трубки и направляющей. Последняя обеспечивает корректную установку колонки и корректный ввод иглы микрошприца в колонку.

Ввод пробы

Объем вводимой пробы обычно составляет 0.2-2 мкл. Ввод небольших объемов пробы должен быть достаточно быстрым, чтобы часть пробы не "прилипала" к концу иглы.

Температура испарителя

Температура испарителя во время ввода пробы устанавливается ниже температуры кипения растворителя. Во время анализа температура испарителя повышается одновременно с программированием температуры колонки.

Температура колонки

В начале анализа температура колонки устанавливается ниже температуры кипения растворителя, после этого задается программирование температуры.

Управление потоками газов

Для продувки испарителя расход по каналу сброса пробы устанавливают от 3 до 10 мл/мин, расход газа-носителя через колонку выбирают аналогично режиму со сбросом пробы (см. раздел 1.4.7).

Ввод пробы с делением потока (split), ввод пробы без деления потока (splitless), ввод пробы с импульсом давления аналогичны аналогичен испарителю 7.2.

1.5.3 Установка капиллярной колонки

Капиллярная колонка устанавливается в лайнер прямого ввода до упора в направляющую втулку. Игла шприца при вводе пробы входит в начальный участок капиллярной колонки, и проба вводится непосредственно в колонку.

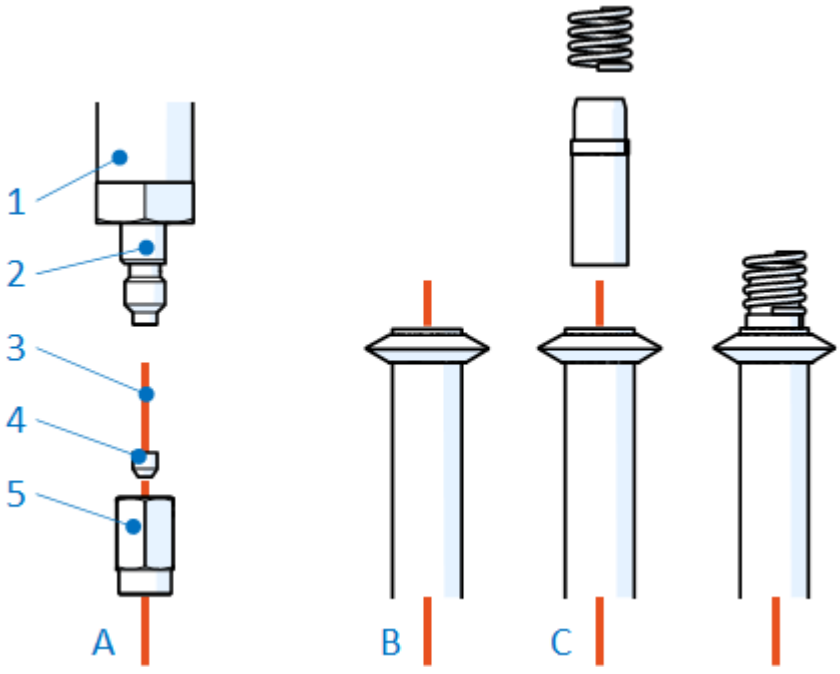


Рисунок 1.20 – Установка капиллярной колонки

Порядок подключения колонки к лайнеру прямого ввода:

- Перед подключением колонки снять адаптер с испарителя. Для этого открутить гайку, прижимающую адаптер, затем осторожно поднять адаптер.
- С помощью крючка из комплекта ЗИП или пинцета вынуть лайнер.
- Проверить состояние резинового кольца 6 на лайнере. При необходимости заменить. Внутренний диаметр лайнера на концах незначительно отличается. Лайнер в корпус испарителя необходимо устанавливать более большим внутренним диаметром вверх. Больший внутренний диаметр лайнера определяется при пробной установке в него втулки 7.
- Резиновое кольцо 6 (8.683.032) должно быть на 1–2 мм ниже верхнего торца лайнера.
- Лайнер с кольцом вставить в корпус испарителя. Лайнер должен свободно входить в корпус испарителя.

  A)
- Надеть гайку 5 и феррулу 4 (конусом вниз) на конец колонки, устанавливаемой в испаритель;
- Отрезать конец колонки (5-20мм). Это позволит избежать попадания графита в колонку. Срез должен быть ровным, без сколов и трещин;
- Срезанный конец колонки протереть кусочком безворсовой ткани, смоченной в этаноле, для удаления пыли и других загрязнений;

  B)
- Вставить капиллярную колонку в штуцер испарителя в темостате колонок. Капиллярную колонку двигать вверх, пока она не выйдет из лайнера на 5 – 10 мм.
- Слегка подтянуть гайку 5 в штуцере испарителя, чтобы колонка удерживалась, но могла перемещаться вверх – вниз.

  C)
- Установить втулку 7 (8.230.023) на конец колонки и нажимая на втулку опустить ее вместе с колонкой в лайнер.
- Установить пружину 8 (8.383.068) на втулку 7.

- Затянуть гайку на штуцере испарителя в термостате колонок усилием "от руки". Затем довернуть гайку ключом на 60-90 градусов так, чтобы колонку нельзя было вытянуть из штуцера (колонка зафиксирована феррулой).
- Установить адаптер и гайку, прижимающую адаптер к корпусу. При навинчивании гайки адаптер проталкивает резиновое кольцо на лайнере вниз. При этом лайнер опирается внизу в корпус испарителя.
- Убедиться, что игла шприца свободно входит в колонку.
- Убедиться, что есть поток газа носителя по колонке.

После установки колонки в испаритель, необходимо отдуть ее потоком газа-носителя от кислорода при комнатной температуре в течение 10-15 минут.

2 Газовые краны

В "Панели управления" программы "Хроматэк Аналитик" *кран* обозначается как Порт ввода.

Настройка конфигурации *кранов* и питающих газов выполняется в соответствии с разделом 3.2.1 Порты ввода пробы, Руководства пользователя 214.00045-51И, ПО Хроматэк Аналитик. Задание параметров кранов и питающих газов в режиме анализа выполняется в соответствии с разделом 3.4.1 Порты ввода пробы, Руководства пользователя 214.00045-51И, ПО Хроматэк Аналитик.

2.1 Введение

Краны предназначены для дозирования газовых проб (кран-дозатор), переключения колонок и потоков газа в газовом хроматографе (кран-переключатель).

В настоящем разделе описаны поворотные краны производства СКБ "Хроматэк" поставляемые в составе хроматографа. Инжектор бесшприцевого ввода представляющий собой кран поршневого типа описан в руководстве по эксплуатации 214.4.464.020РЭ, поставляется при комплектовании устройством.

Краны сторонних производителей описаны в соответствующих документах, поставляются при комплектовании этими устройствами.

2.2 Общие технические характеристики

Таблица 2.1 – Технические характеристики кранов

Параметр	**Значение**
Количество портов (в зависимости от модификации крана)	4; 6; 10
Диаметр внутренних каналов крана, мм	1,0
Пропускная способность (при давлении азота 0,045Мпа), мл/мин, не менее	200*
Максимальная температура, °С	150
Максимальное давление газа, кПа	600
Присоединительная резьба портов крана	М6×0,75 внутренняя
Материалы, контактирующие с пробой:	нерж. сталь или алюминий, фторопласт, стекло

* Пропускная способность канала прохождения пробы измеряется без установки фильтра5.884.098.

Для кранов сторонних производителей (Valco) технические характеристики кранов соответствуют спецификации производителя.

При использовании кранов производства СКБ Хроматэк в качестве крана-дозатора в сочетании с дозами маленького объема следует учитывать объем внутренних портов крана, который составляет около 20 мкл.

2.3 Описание и работа

2.3.1 Общие сведения

В хроматографе в соответствии с газовой схемой применяются поворотные краны, которые отличаются:

- количеством и внутренним диаметром портов (4-х, 6-ти или 10-ти портовые; порты для трубки 1,6 мм или 3 мм);
- автоматизацией (ручные или автоматические);
- наличием термостатирования (необогреваемые или термостатируемые);

По умолчанию поставляются краны с диаметром портов 1.6мм, внутренней резьбой М6х0,075 (гайки и муфты входят в комплект). Краны для трубки 3мм (резьба М8×1 внутр.) доступны по заказу для старых хроматографов.

Комплектность

Краны комплектуются гайками и уплотнительными муфтами. Дозирующие петли не входят в комплект поставки кранов (заказываются отдельно).

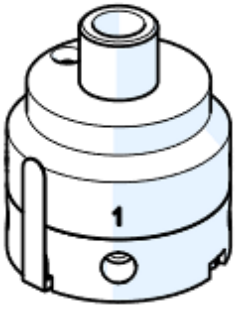
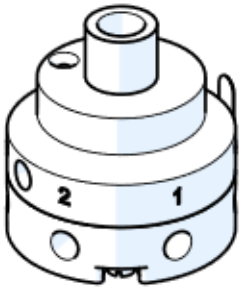
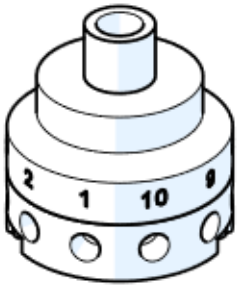
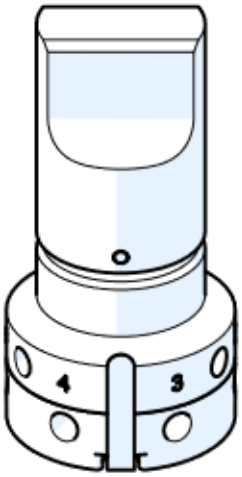
При заказе кранов и дозирующих петель указывают каталожный номер, который содержит полную информацию о конфигурации крана (дозы). Заказ производится в соответствии с каталогом кранов 214.4.061.050КДС.

К корпусу крана прикреплена бирка с указанием заводского номера и года выпуска крана, которая также является гарантийной пломбой.

Подключение газовых и электрических соединений

Автоматические краны управляются электроприводом. Кабель привода автоматических кранов, а также выводы нагревателя и датчика температуры для термостатируемых кранов подключаются к соответствующим разъемам силового модуля согласно обозначениям газовой схемы (см. раздел 3.7.1, часть 1 РЭ).

Таблица 2.2 – Поворотные краны. Обозначения

Внешний вид				
Количество портов	4	6	6 (трехпозиционный)	10
Материал корпуса	нерж. сталь	нерж. сталь алюминий	нерж. сталь	нерж. сталь алюминий
Обозначение	5.885.002	4.464.024-01.03 4.464.024-01.04	4.464.024-01.05	4.464.025-01.03 4.464.025-01.04

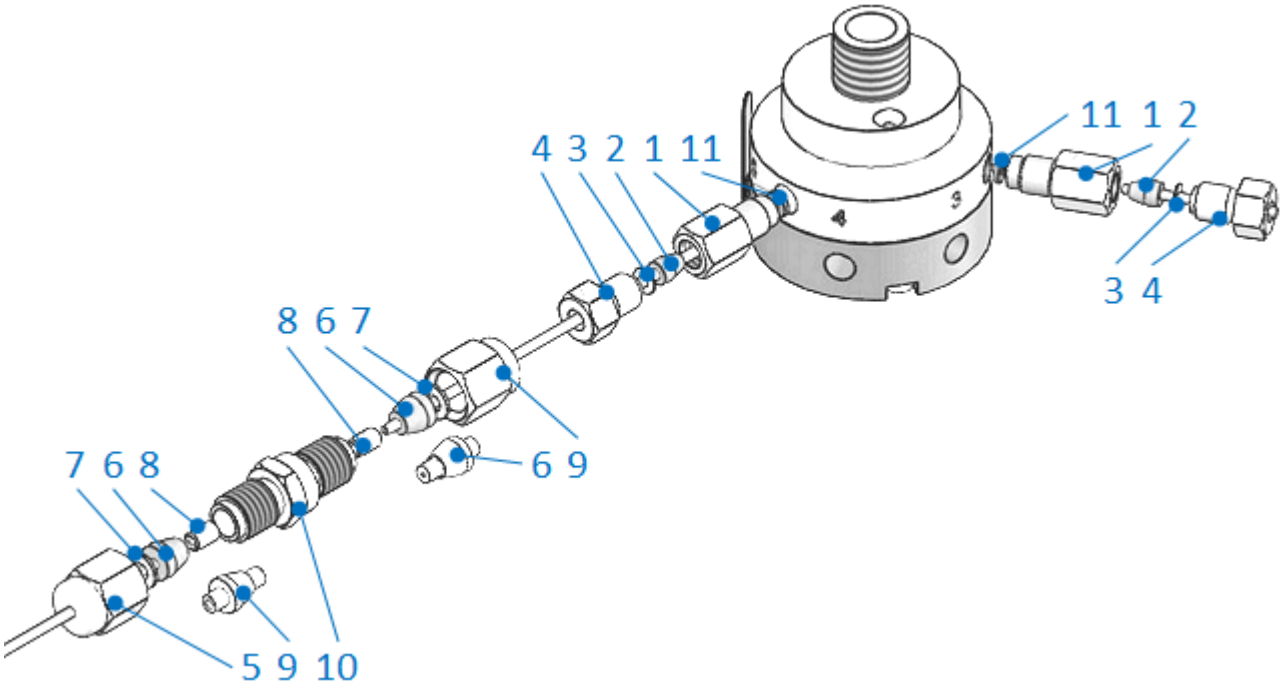
Краны могут работать в качестве дозаторов и/или переключателей, при этом, в зависимости от конкретной задачи применяются различные схемы соединений. Схема соединений конкретного крана приведена в части 3 РЭ, приложение Б (Газовая схема).

Для уплотнения трубки 1.6мм в портах крана используются гайки 8.930.161 и муфты 8.658.039-01 (нерж.сталь)или 8.658.052 (резина). Резиновые муфты используются при температурах крана не выше 50°С при условии отсутствия влияния компонентов воздуха на результаты измерений, в других случаях применяются муфты из нержавеющей стали.

Рекомендации по правильному уплотнению трубок приведены в разделе 3.4.4. РЭ – Инструкция по установке.

Продуваемая оболочка

Все краны имеют дополнительные штуцеры для подключения канала продувки корпуса крана (продуваемая оболочка). Это позволяет снизить влияние диффузии компонентов из окружающего воздуха на результат анализа (при определении низких концентраций). Подключение канала продуваемой оболочки осуществляется с помощью трубки 1,6 мм и пневмосопротивления 5.150.015-02 от коллектора газа-носителя (400 кПа) (Рисунок 2.1).



1 – штуцер 8.652.494; 2 – муфта 8.658.053; 3 – шайба 2; 4 – гайка 8.930.161; 5 – гайка 8.930.167; 6 – муфта 8.658.052; 7 – втулка 8.223.429; 8 – втулка 8.220.231; 9 – муфта 8.658.024; 10 – пневмосопротивление 5.150.015-02; 11 – кольцо 8.685.076.

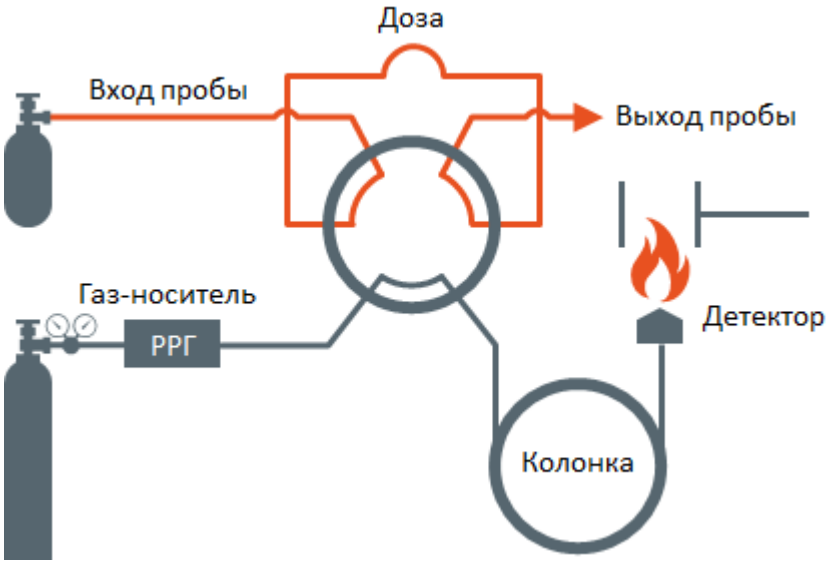
Рисунок 2.1 – Подключение продуваемой оболочки кранов 214.4.464.024-01.03(.04) и 214.4.464.025-01.03(.04)

2.3.2 Кран 6-портовый двухпозиционный

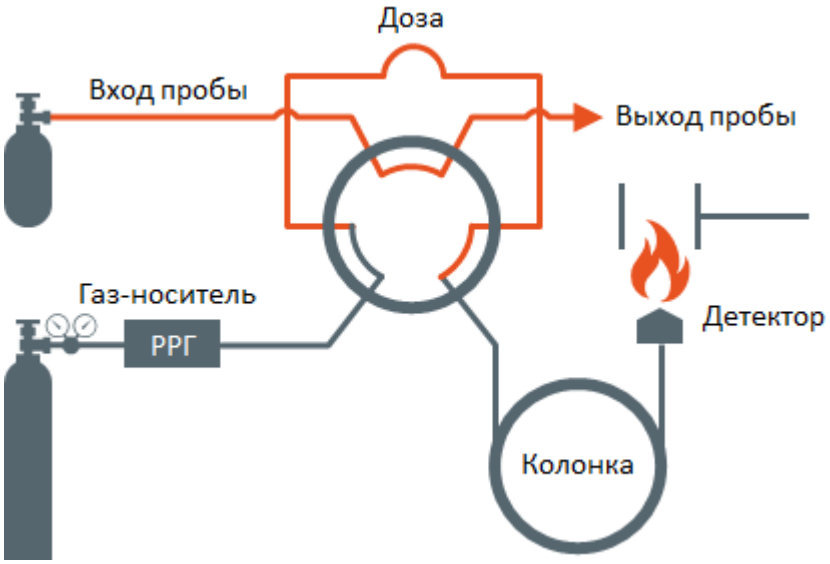
При соединении крана-дозатора с источником газовой пробы важно максимально снизить суммарный объём пробоотборной линии и избегать появления мертвых объёмов в коммутирующих устройствах.

Схема работы 6-портового двухпозиционного крана-дозатора показана ниже (Рисунок 2.2). В положении крана "Отбор" (Позиция А) поток пробы продувается через дозирующую петлю (дозу), поток газа-носителя идет в хроматографическую колонку. Стрелка показывает положение ручки крана.

При повороте ручки крана в положение "Анализ" (по часовой стрелке, позиция Б) дозирующая петля включается в поток газа-носителя и проба, находящаяся в петле, переносится потоком газа в хроматографическую колонку.



Положение "Отбор"



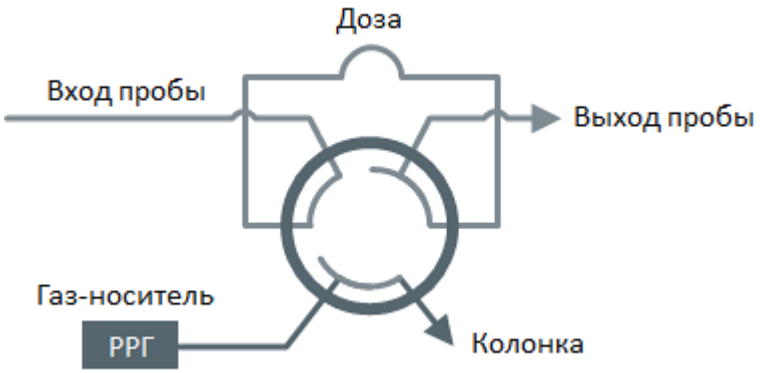
Положение "Анализ"

Рисунок 2.2 – Схема работы 6-портового двухпозиционного крана-дозатора

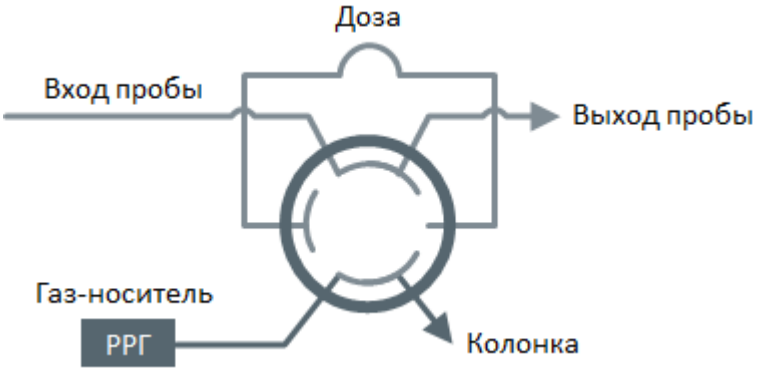
Подключение газовых линий. Схема подключения газовых линий к крану в хроматографе показана – Рисунок 2.2. При необходимости выполнить (проверить) рекомендованные подключения. При наличии в анализируемой пробе механических частиц к штуцеру "6" (Вход пробы) рекомендуется подключить фильтр5.884.098, имеющий фильтрующий элемент (4мкм). Штуцер "5" (при необходимости) соединить с местом (устройством) утилизации проб. Проверить герметичность соединений (см. раздел 3.4.4, часть 1 РЭ).

2.3.3 Кран-дозатор 6-портовый трехпозиционный

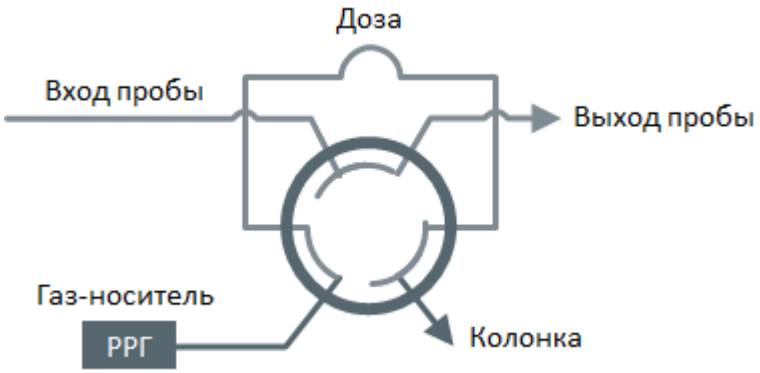
Схема работы трехпозиционного крана-дозатора (Рисунок 2.3):



Левое положение "Отбор"



Среднее положение. Проба замкнута



Правое положение "Анализ"

Рисунок 2.3 – Схема работы 6-портового трехпозиционного крана-дозатора

В положении крана "Отбор" (крайнее левое положение ручки против часовой стрелки) поток пробы продувается через дозу (концентратор), поток газа-носителя идет непосредственно в хроматографическую колонку. Ручка крана "отжата". В этом положении производится отбор пробы и фокусирование более тяжелых анализируемых компонентов в концентраторе, размещенном в охлаждающем агенте (жидкий азот, жидкая углекислота).

После отбора и концентрирования целевых компонентов в охлаждающем агенте поворотом ручки по часовой стрелке кран переводят в среднее положение. Ручка крана "отжата".

В этом положении концентратор перекрыт (проба замкнута), поток газа-носителя идет непосредственно в хроматографическую колонку. Концентратор вынимают из охлаждающего агента, производится его нагрев.

После нагрева концентратора до необходимой температуры кран переводят в положение "Анализ". Для переключения в это положение ручку крана следует "утопить" и повернуть по часовой стрелке.

В положении "Анализ" доза включается в поток газа-носителя, и проба переносится потоком газа в хроматографическую колонку.

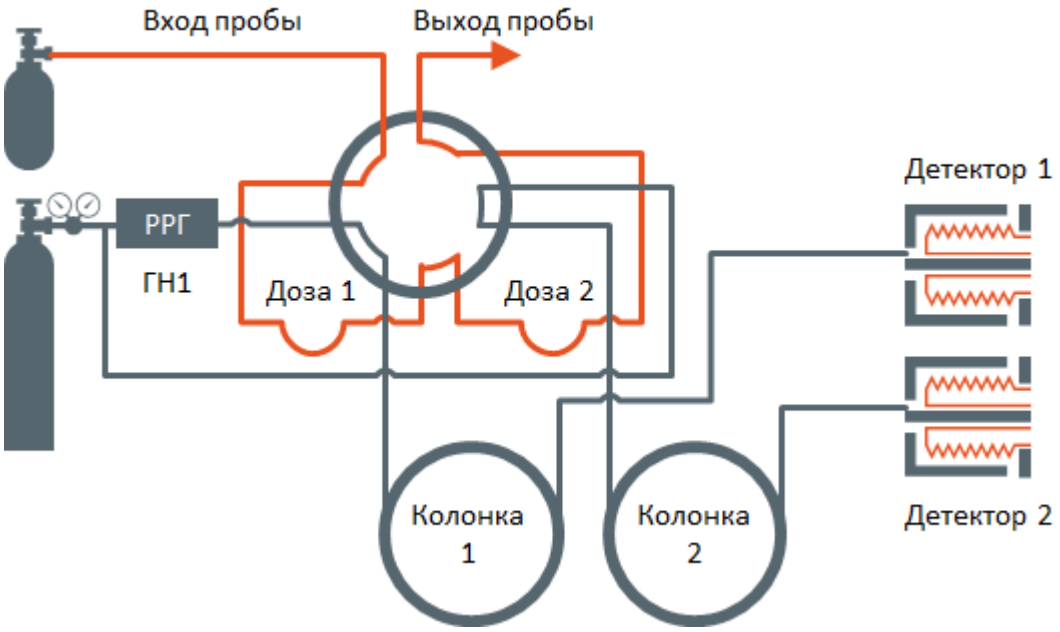
Подключение газовых линий. Схема подключения газовых линий к крану в хроматографе (Рисунок 2.3). При необходимости выполнить (проверить) рекомендованные подключения. При наличии в анализируемой пробе механических частиц к штуцеру "6" (Вход пробы) рекомендуется подключитьфильтр5.884.098, имеющий фильтрующий элемент (4мкм). Штуцер "5" (при необходимости) соединить с местом (устройством) утилизации проб. Проверить герметичность соединений (см. раздел 3.4.4, часть 1 РЭ).

2.3.4 Кран 10-портовый

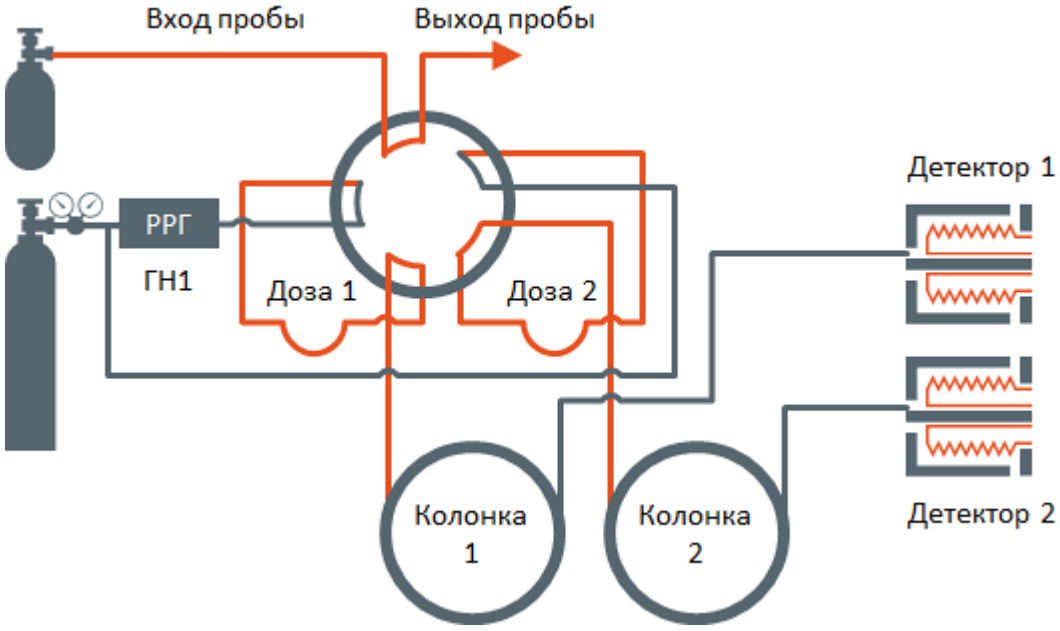
Схема работы крана-дозатора показана ниже (Рисунок 2.4). 10-портовый кран-дозатор, в отличие от 6-портового, позволяет вводить пробу одновременно в две колонки.

В положении крана А (Отбор) поток пробы продувается через дозирующие петли (Д1, Д2), потоки газа-носителя направлены непосредственно в хроматографические колонки. Стрелка показывает положение ручки крана.

При повороте ручки крана в положение Б (Анализ) (по часовой стрелке) дозирующие петли включаются в соответствующие потоки газа-носителя и проба, находящаяся в петлях, переносятся потоками газа в хроматографические колонки.



Положение "Отбор" (Поз. А)



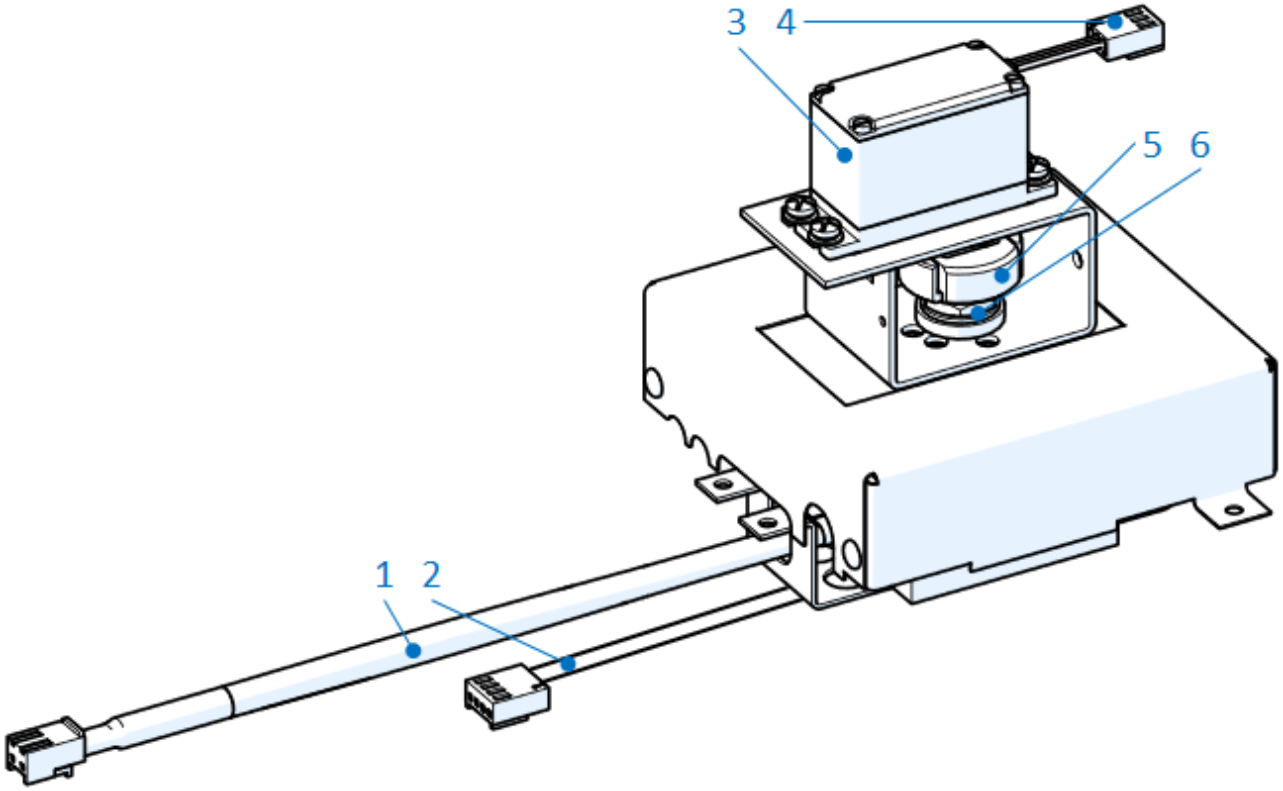
Положение "Анализ" (Поз. Б)

Рисунок 2.4 – Работа 10-ти портового крана-дозатора

Подключение газовых линий. Схема подключения газовых линий к крану в хроматографе (Рисунок 2.4). При необходимости выполнить (проверить) рекомендованные подключения. При наличии в анализируемой пробе механических частиц к штуцеру "1" (Вход пробы) рекомендуется подключить фильтр 5.884.098, имеющий фильтрующий элемент (4мкм). Штуцер "2" (при необходимости) соединить с местом (устройством) утилизации проб. Проверить герметичность соединений (см. раздел 3.4.4, часть 1 РЭ).

2.3.5 Автоматические / термостатируемые краны

Внешний вид автоматического термостатируемого крана – Рисунок 2.5. Электропривод крепится винтами на кронштейне, соединяется с краном при помощи вала и втулки. Кран соединен с кронштейном с помощью гайки, позиционируется от прокручивания посредством штифта.



1 – кабель нагревателя, 2 – кабель датчика температуры, 3 – электропривод, 4 – кабель электропривода, 5 – переходные элементы (вал и втулка), гайка

Рисунок 2.5 – Поворотный кран. Присоединение электропривода и нагревательной панели

Автоматические краны управляются электроприводом от платы силового модуля. Термостатируемые краны управляются также от платы силового модуля. Подключение кабелей электропривода, датчика температуры и нагревателя производится в соответствующие разъемы платы силового модуля. Более подробная информация описана в разделе 3.7 части 1 РЭ. При подключении электропривода используется удлиняющий кабель 6.644.331.

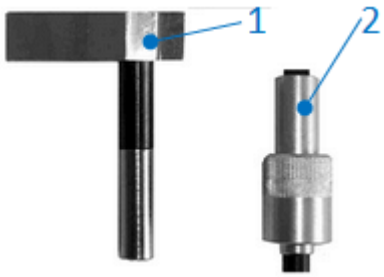
Краны в составе хроматографа могут устанавливаться на платформе или на кронштейне слева. В зависимости от этого используется нагревательная панель 5.863.167 или 5.863.193 соответственно (подробнее см. раздел 3.3. части 1 РЭ).

Демонтаж электропривода

При необходимости можно снять электропривод с автоматического крана и использовать его как ручной. Для этого:

- Открутить 4 винта крепления электропривода.
- Вынуть привод и переходные элементы (вал и втулку).
- Открутить гайку на 14, снять гайку и кронштейн.
- Установить удлинитель 6.306.023и ручку 6.465.001 для работы с ручным краном.

Необходимые отверстия для вывода ручки крана за переделы крышек хроматографа предусмотрены конструкцией.



1 – ручка 8.465.001, 2 – удлинитель 6.306.023

Рисунок 2.6 – Элементы ручного переключения

2.4 Подключение газов к кранам

Газовые регуляторы подключаются к кранам аналогично подключению к испарителю.

При работе с насадочными колонками на входе потока газа-носителя устанавливается РРГ-10 или РРГ11 (Рисунок 1.4).

При работе с капиллярными колонками входной поток формируется с помощью регулятора давления РРГ-11.А2, поток сброса пробы – с помощью регулятора расхода РРГ-10.

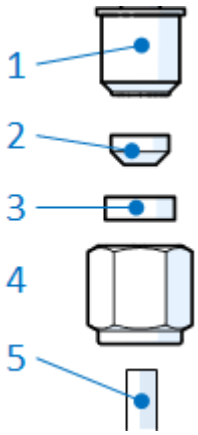
2.5 Подключение колонок к кранам

Подключение насадочной колонки в зависимости от типа колонки и материала муфт показано ниже.

Рекомендуется применение при температуре в термостате колонок менее 230-250 °С.

На конец насадочной колонки надеть гайку 8.930.172, втулку 8.223.013 и муфту 8.220.380.

Колонка насадочная вставляется в штуцер крана до упора. Усилие затяжки гайки 8.930.172 "от руки"



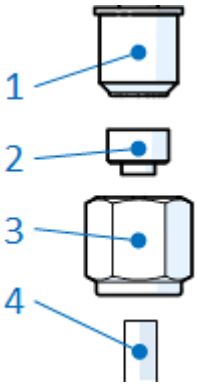
1 – штуцер, 2 – муфта 8.220.380 (резина), 3 – втулка 8.223.013, 4 – гайка 8.930.172, 5 – колонка насадочная

Рисунок 2.7 – Подключение насадочной колонки с помощью резиновых муфт

При уплотнении колонок графитовыми муфтами допускается использование температуры в термостате колонок до 450 °С.

Колонка насадочная вставляется в штуцер крана до упора. Усилие затяжки гайки 8.930.172 "от руки" с последующим доворотом ключом на 30-60 градусов.

При уплотнении стеклянной колонки с помощью графитовых муфт следует соблюдать осторожность во избежание ее поломки.



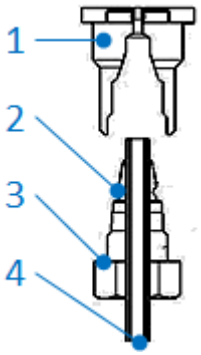
1 – штуцер, 2 – муфта 6.453.038 (с графитом), 3 – гайка 8.930.172, 4 – колонка насадочная

Рисунок 2.8 – Подключение насадочной колонки с помощью графитовых муфт

Для установки колонок тип 3 используется специальный штуцер в термостате.

Для уплотнения колонки диаметром 3мм используются Муфты 2 (8.658.038-01), для колонки диаметром 3,18мм (1/8”) – муфты (8.658.038-03).

Колонка насадочная вставляется в штуцер до упора. Усилие затяжки гайки 3 (8.930.114) "от руки" с последующим доворотом ключом на 30-60 градусов.



1 – штуцер, 2 – муфта, 3 – гайка 8.930.114, 4 – колонка

Рисунок 2.9 – Подключение насадочной колонки (тип 3)

Подключение капиллярной колонки

Для подключения капиллярной колонки к крану-дозатору используется тройник 6.453.131-03 (поз.4, Рисунок 2.10, выполняющий функцию делителя потока при вводе пробы в колонку.

Гайка 3 (8.930.172) и муфта 2 (6.453.038) последовательно устанавливаются на тройник 4, как показано на рисунке. Тройник вставляется в штуцер ДТП до упора, и уплотняется гайкой 3. Усилие затяжки гайки "от руки", с последующим доворотом на 180-270 градусов для новой муфты и 45-60 градусов при повторных уплотнениях.

Боковая трубка 10 диаметром 1.6мм с муфтой 8 (8.658.039-01) и гайкой 9 (8.930.161) подключается в линию сброса пробы.

Подключение колонки:

Надеть гайку 6 (8.930.339) и феррулу 5 (например, #072626 SGE, конусом вниз) на конец колонки.

Отрезать конец колонки (5–20 мм). Это позволит избежать попадания графита в колонку. Срез должен быть ровным, без сколов и трещин. Срезанный конец колонки протереть кусочком безворсовой ткани, смоченной в этаноле, для удаления пыли и других загрязнений.

Расположить гайку 6 и феррулу 5 на расстоянии не меньше 30 – 40 мм от нижнего края гайки до конца колонки (выше уровня бокового штуцера), для удобства позицию колонки под гайкой можно отметить маркером или установить кусочек резины (мембраны).

Вставить колонку в тройник, закрутить гайку 6 усилием "от руки", выровнять уровень колонки. Удерживая тройник 4 от проворота ключом (на 8), довернуть гайку 6 ключом (на 7) на 60-90 градусов так, чтобы колонку нельзя было вытянуть из гайки (колонка зафиксирована феррулой).

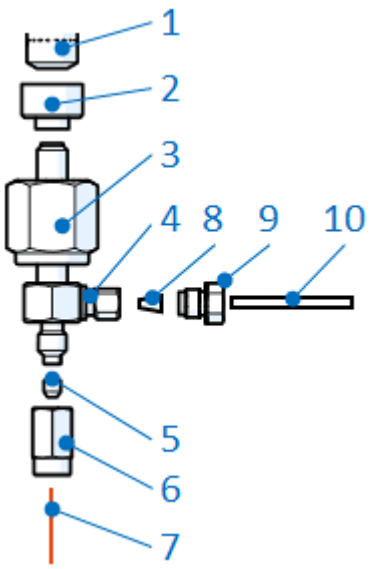


Рисунок 2.10 – Подключение капиллярной колонки

2.6 Работа с краном-дозатором

Работа с краном-дозатором осуществляется в следующей последовательности.

- Перед началом работы положение крана А (Отбор), хроматограф должен находиться на этапе "Готовность".
- Открыть запорное устройство (вентиль) на источнике пробы.
- Пропустить через дозирующую петлю (дозу) 10-20-ти кратный (от суммарного объема пробоотборной линии) объем пробы.
- Закрыть запорное устройство на источнике пробы.
- Уравновесить давление в сменных дозах с атмосферным (произвести выдержку 10 секунд после прекращения подачи пробы).
- Поворотом ручки крана по часовой стрелке перевести кран в положение Б (Анализ) и нажать клавишу СТАРТ на панели управления хроматографа.
- После окончания анализа перевести кран в положение А (Отбор).

Работа с автоматическим краном осуществляется аналогично, поворот крана в положение анализ выполняется автоматически при нажатии кнопки СТАРТ.

2.7 Техническое обслуживание кранов

Кроме устранения возможных утечек газа-носителя или пробы, потребителю не следует самостоятельно устранять возможные неисправности. При их обнаружении следует обратиться к изготовителю или его региональному представителю.

2.7.1 Замена дозирующей петли

Для замены дозирующей петли (дозы) крана-дозатора следует:

- Отвернуть гайки крепления петли к корпусу крана и снять дозу.
- Установить гайки 8.930.161 и муфты 8.658.039-01 на концы подключаемой дозы.
- Установить концы дозы в корпус крана до упора и затянуть гайки.
- Проверить герметичность соединений (см. раздел 3.4.4, часть 1 РЭ).

2.7.2 Проверка герметичности

Герметичность газовых каналов крана и прилегающих магистралей может быть проверена:

- в составе хроматографа, без демонтажа рабочей газовой схемы;
- с демонтажом газовой схемы, посредством последовательного исключения определенных участков газовых линий.

Герметичность проверяют с помощью электронных регуляторов расхода газа или обмыливанием. Общие рекомендации по проверке герметичности приведены в разделе 3.4.4., часть 1 РЭ.

2.7.3 Проверка "перетечек" между каналами в кране-дозаторе

Для кранов – дозаторов важным является проверка "перетечки" между каналами в линиях газа-носителя хроматографических колонок и линиях отбора пробы. Для этого необходимо в газовых линиях создать избыточное давление (0,4– 0,64) МПа. Вход анализируемой пробы необходимо заглушить, а газовую линию выхода анализируемой пробы опустить в дистиллированную воду (Рисунок 2.11). Наличия выхода пузырьков газа не допускается.

После проверки остатки воды необходимо высушить безворсовой тканью.

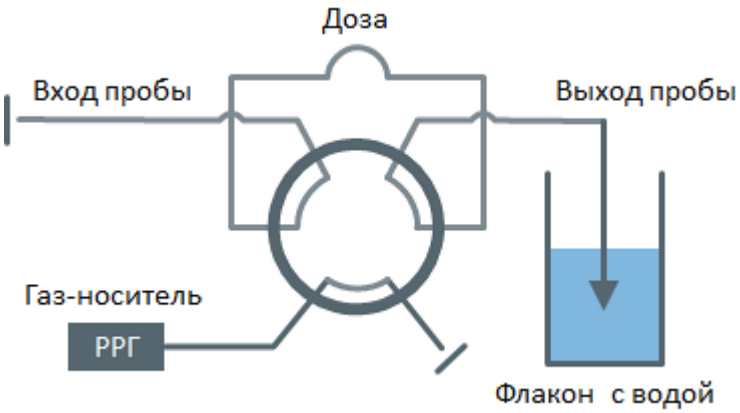


Рисунок 2.11 – Проверка "перетечек"

2.7.4 Рекомендации по промывке каналов крана

Промывку каналов крана, трубопроводов и доз рекомендуется проводить:

- при загрязнении компонентами анализируемой пробы;
- при попадании жидкости анализируемой пробы в каналы крана;
- при невозможности избавиться от остаточных ложных пиков компонентов (памяти).

Перед промывкой каналов необходимо убедиться, что ложные пики являются следствием именно загрязнений каналов устройства, а не присутствуют в каналах хроматографа или в анализируемой пробе.

При промывке следует учитывать следующие рекомендации.

Перед промывкой следует отключить от крана колонки, фильтры и другие элементы газовых линий, попадание растворителя в которые может их повредить.

- Рекомендуется промывать только те участки газовых линий, где возможно попадание компонентов пробы.
- Не следует промывать линии в сборе. Перед промывкой необходимо полностью разобрать газовые магистрали и промывать каждый участок (трубопровод, канал крана и т.д.) отдельно.
- Правильно подобрать растворитель, руководствуясь следующими требованиями. Растворитель должен хорошо растворять предполагаемые загрязняющие компоненты, инертно относиться к материалу промываемых каналов, легко удаляться и отдуваться газом носителем. Предпочтительными растворителями являются этанол, ацетон.
- После промывки тщательно продуть и просушить каналы газом-носителем.

3 Детекторы

3.1 Детектор по теплопроводности (ДТП)

3.1.1 Принцип действия ДТП

В основу работы ДТП положен процесс передачи тепла от нагретого термочувствительного элемента к более холодному корпусу детектора за счет теплопроводности газового потока. С изменением состава газового потока меняется его теплопроводность. Это, в свою очередь, приводит к изменению температуры, а, следовательно, и электрического сопротивления чувствительного элемента.

Для более стабильной работы в ДТП применяется не один, а два термочувствительных элемента, и измеряется различие в теплопроводности чистого газа–носителя и смеси газа–носителя с веществом, выходящим из хроматографической колонки.

ДТП обладает чувствительностью ко всем соединениям, теплопроводность которых отличается от теплопроводности газа–носителя. Чем больше теплопроводность анализируемого вещества отличается от теплопроводности газа–носителя, тем выше чувствительность ДТП к данному соединению. Необходимо иметь ввиду, что теплопроводность веществ зависит от температуры, поэтому чем ниже рабочая температура ДТП, тем будет выше чувствительность. В качестве газа-носителя обычно применяется водород, гелий и аргон. В ряде задач допускается применять в качестве газа-носителя азот.

ДТП является неразрушающим детектором, поэтому прошедшую через него пробу можно определять далее с помощью иных детекторов.

Линейный диапазон ДТП составляет свыше 10^5.

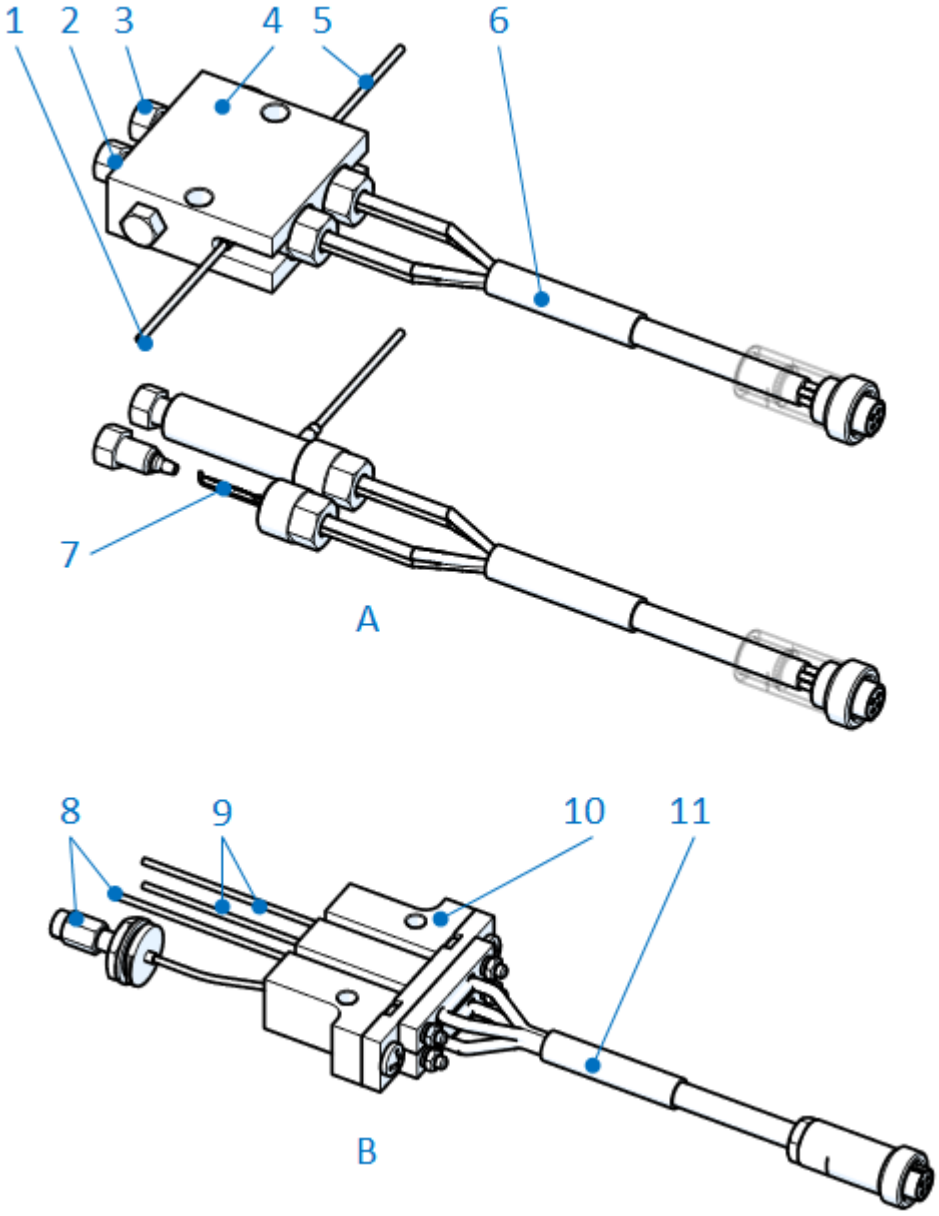
3.1.2 Конструкция ДТП

Конструктивно ДТП представляет собой металлический блок, в двух камерах (ячейках) которого расположены термочувствительные элементы – элемент сравнения и рабочий элемент. Через рабочую ячейку продувается газ-носитель с пробой, через ячейку сравнения – только газ-носитель. Обе ячейки детектора полностью одинаковые, поэтому в качестве рабочей и сравнительной ячейки может выступать любая из них.

Термочувствительные элементы включены в измерительный мост.

Существует несколько исполнений детектора ДТП, предлагаемые для различных задач.

Конструкция всех исполнений детекторов ДТП позволяет сменить терморезисторы пользователем на рабочем месте. Время смены терморезисторов ДТП составляет не более 5 минут.



А – ДТП 2.840.005-01.XX, В – ДТП 2.840.005-05.00 (микро-ДТП)

1 – выход ячейки 1, 2 – вход ячейки 1, 3 – вход ячейки 2, 4 – корпус, 5 – выход ячейки 2, 6 – датчик ДТП, 7 – чувствительный элемент, 8 – входы ячеек микро-ДТП, 9 – выходы ячеек микро-ДТП, 10 – корпус микро-ДТП, 11 – терморезистор микро-ДТП.

Рисунок 3.1 – Конструкция детекторов ДТП

Детекторы ДТП исполнений 2.840.005-01.00 ... 2.840.005-01.08 (далее 2.840.005-01.XX) имеют алюминиевый корпус, в зависимости от исполнений меняется нержавеющая ячейка детектора и терморезистор. Детекторы 2.840.005-01.XX рекомендованы для работы с насадочными и широкими капиллярными колонками (0.53мм). Максимальная рабочая температура 350 °С.

Детектор ДТП 2.840.005-05.00 (микро-ДТП) также имеет алюминиевый корпус, ячейки детектора из нержавеющей стали. Рабочий объем ячеек детектора 10 мкл. Детекторы

рекомендованы для работы капиллярными колонками (0.15 – 0.53мм). Максимальная рабочая температура 300 °С.

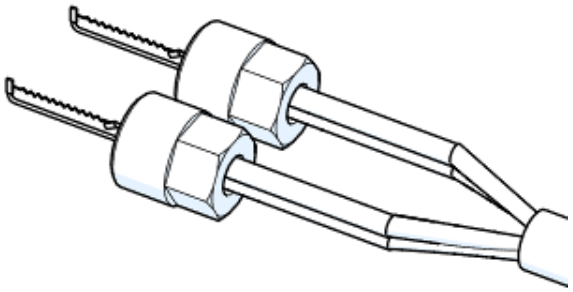
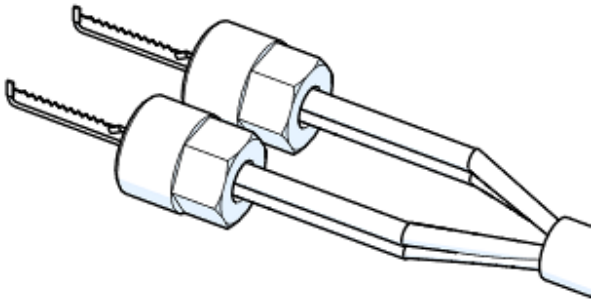
Все типы детекторов ДТП имеют одинаковые установочные размеры.

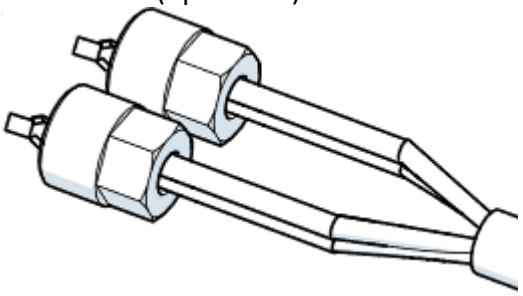
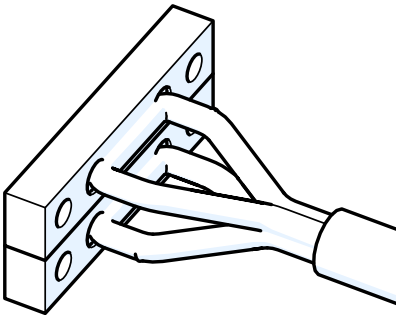
Для обеспечения температурной стабильности и лучших характеристик детектора корпус ДТП заключается в термостатируемый кожух.

Мощность нагревателя термостата ДТП – 80 Вт.

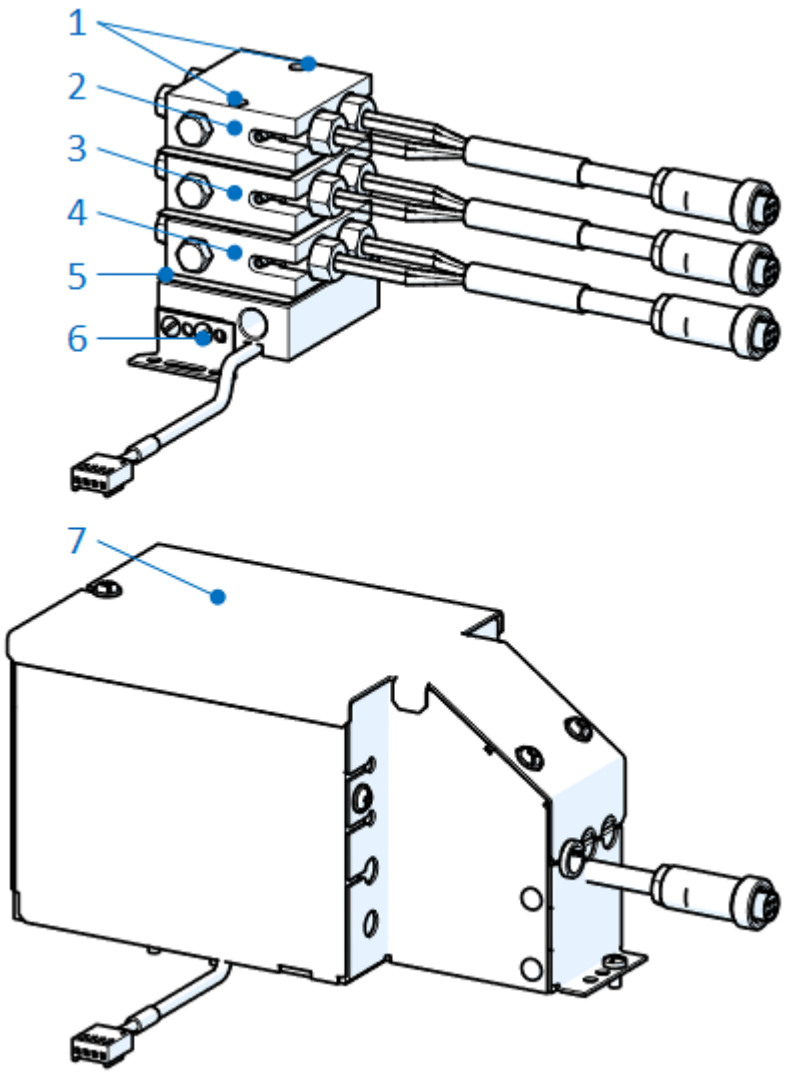
Варианты исполнения ДТП в зависимости от используемых типов термочувствительных элементов и диаметров входных-выходных трубопроводов показаны ниже.

Таблица 3.1 – Варианты исполнений ДТП

Обозначение (исполнение ДТП)	**Объем камеры, мм³**	**Тип термочувствительного элемента**	**Диаметр трубки (наруж)×(внутр), мм**	
			Входной	**Выходной**
2.840.005-01.00 2.840.005-01.01 2.840.005-01.02 стандартное исполнение (ст.)	600	Терморезистор 5.863.149 Биспираль (W/Re) Сопротивление (R) = 60 Ом (при 20 °С)  Хорошая чувствительность и стойкость к окислению	Ø1.6×1.0 Ø1.6×1.0 Ø3.0×2.0	Ø1.6×1.0 Ø3.0×2.0 Ø3.0×2.0
2.840.005-01.03 2.840.005-01.04 2.840.005-01.05 повышенная чувствительность (п.ч.)	400	Терморезистор 5.863.149-02 Спираль (W) R = 19 Ом (при 20 °С)  Отличная чувствительность, хорошая стойкость к окислению. Терморезистор 5.863.149-03 Спираль (покрытый защитным слоем W) R = 24 Ом (при 25 °С) Отличная чувствительность, отличная стойкость к окислению.	Ø1.6×1.0 Ø1.6×1.0 Ø3.0×2.0	Ø1.6×1.0 Ø3.0×2.0 Ø3.0×2.0

2.840.005-01.06 2.840.005-01.07 2.840.005-01.08 стандартное исполнение (ст.)	200	Терморезистор 5.863.149-01 Датчик стойкий к коррозии (КС) R = 108 Ом (при 20 °С)  Хорошая чувствительность, отличная стойкость к окислению. Не подходит для определения водорода и гелия.	Ø1.6×1.0 Ø1.6×1.0 Ø3.0×2.0	Ø1.6×1.0 Ø3.0×2.0 Ø3.0×2.0
2.840.005-05.00 микро	10	Терморезистор 5.863.226 Спираль R = 40 Ом (при 20 °С)  Отличная чувствительность, хорошая стойкость к окислению	Ø1.6×0.25	Ø1.6×0.25

3.1.3 Установка ДТП



1 – крепёжные винты, 2 – ДТП-1, 3 – ДТП-2, 4 – ДТП-3, 5 – пластина из слюды, 6 – нагревательная панель, 7 – кожух.

Рисунок 3.2 – Установка детекторов ДТП на нагревательную платформу

На одну нагревательную платформу одновременно могут быть установлено от одного до трех детекторов ДТП. На аналитической платформе хроматографа можно разместить до двух нагревательных платформ ДТП.

3.1.4 Усилители ДТП

Для разных типов терморезисторов, значительно отличающихся по сопротивлению, требуются разные типы усилителя! В противном случае датчик выйдет из строя или будет некорректно работать.

Величину базовой линии детектора для автоматической балансировки моста ДТП (СМЕЩЕНИЕ ДТП) рекомендуется устанавливать 1000 мВ.

Максимальная величина базовой линии детектора при автоматической балансировке моста определяется качеством подбора терморезисторов ДТП и составляет не менее 5000мВ.

Таблица 3.2 – Типы усилителей ДТП

Тип усилителя	**Тип терморезистора, сопротивление при 20°С**	**Маркировка**	**Тип входного разъема**	**Динамический диапазон**	**Макс. уровень сигнала, В**
5.173.039	5.863.149-01, R = 108 Ом	ДТП-100	РС-4 АТВ	10^6 (квадратичный усилитель)	100
5.173.032	5.863.149R = 60 Ом	ДТП-60	РС-4 АТВ	10^6 (квадратичный усилитель)	100
5.173.040	5.863.149-02 R = 19 Ом 5.863.149-03 R = 24 Ом 5.863.226 R = 40 Ом	ДТП-20	РС-4 АТВ	10^6 (квадратичный усилитель)	100

3.1.5 Подключение газов к ДТП

Типичная схема газового питания сравнительной ячейки ДТП показана на рисунке ниже.

Расход газа-носителя через сравнительную камеру необходимо задавать равным расходу газа-носителя через рабочую камеру. Для стабилизации потока на входе в ячейку сравнения устанавливается Фильтр 5.884.065.

Питание сравнительной ячейки непосредственно от регулятора газа

Подключение сравнительной камеры к регулятору расхода РРГ-10.

Если 2 детектора ДТП питаются от одного газа-носителя, питание ячеек сравнения может быть осуществлено от одного канала РРГ-10.

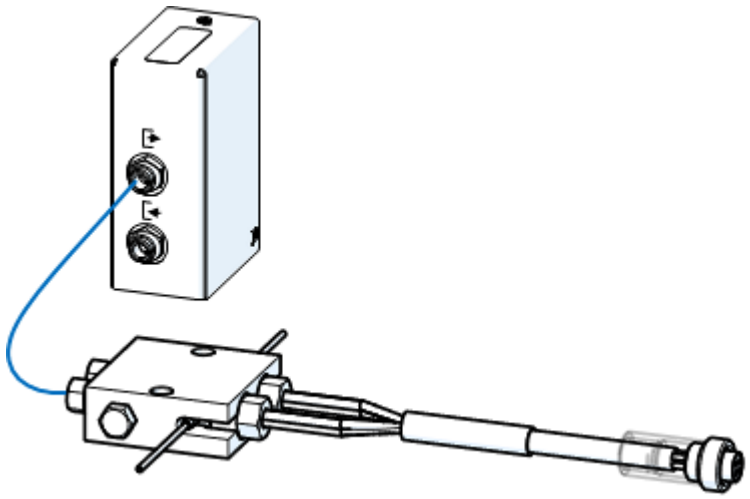


Рисунок 3.3 – Питание сравнительной камеры непосредственно от регулятора газа

Питание рабочей камеры при работе с насадочной колонкой

Вход насадочной колонки может подключаться к испарителю или крану-дозатору (Рисунок 3.4).

Поток газа-носителя через капиллярную колонку для детекторов 2.840.005-01.XX обычно недостаточен для получения приемлемо узких пиков. Поэтому осуществляется, поддув газа-носителя в рабочую камеру от регулятора расхода РРГ-10 (Рисунок 3.5). Поддув осуществляется с помощью тройника 6.453.131-03 в термостате колонок (Рисунок 3.9).

При работе с детектором 2.840.005-05.00 (микро-ДТП) дополнительный поддув газа-носителя не нужен.

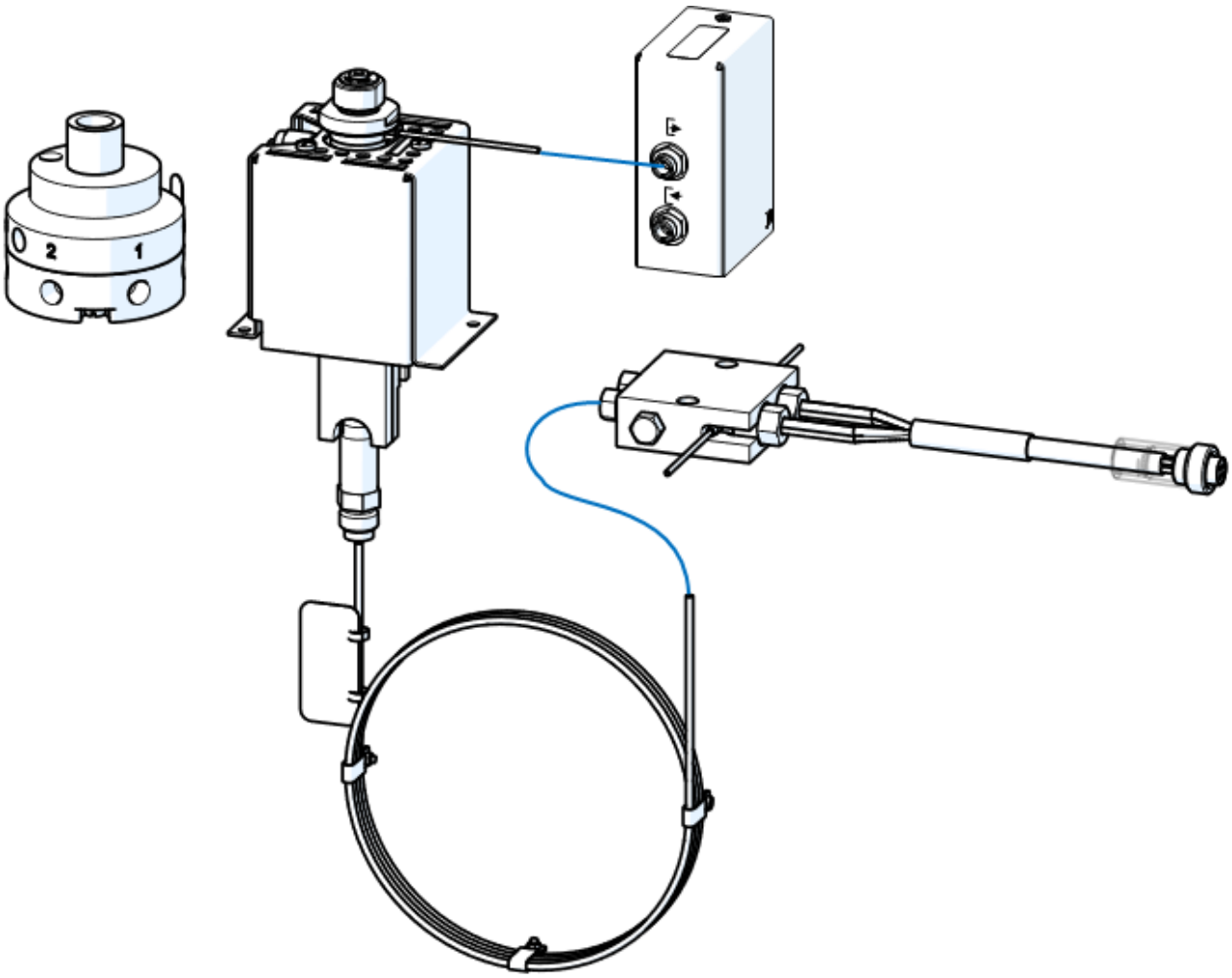


Рисунок 3.4 –Схема газового питания рабочей камеры при работе с насадочной колонкой

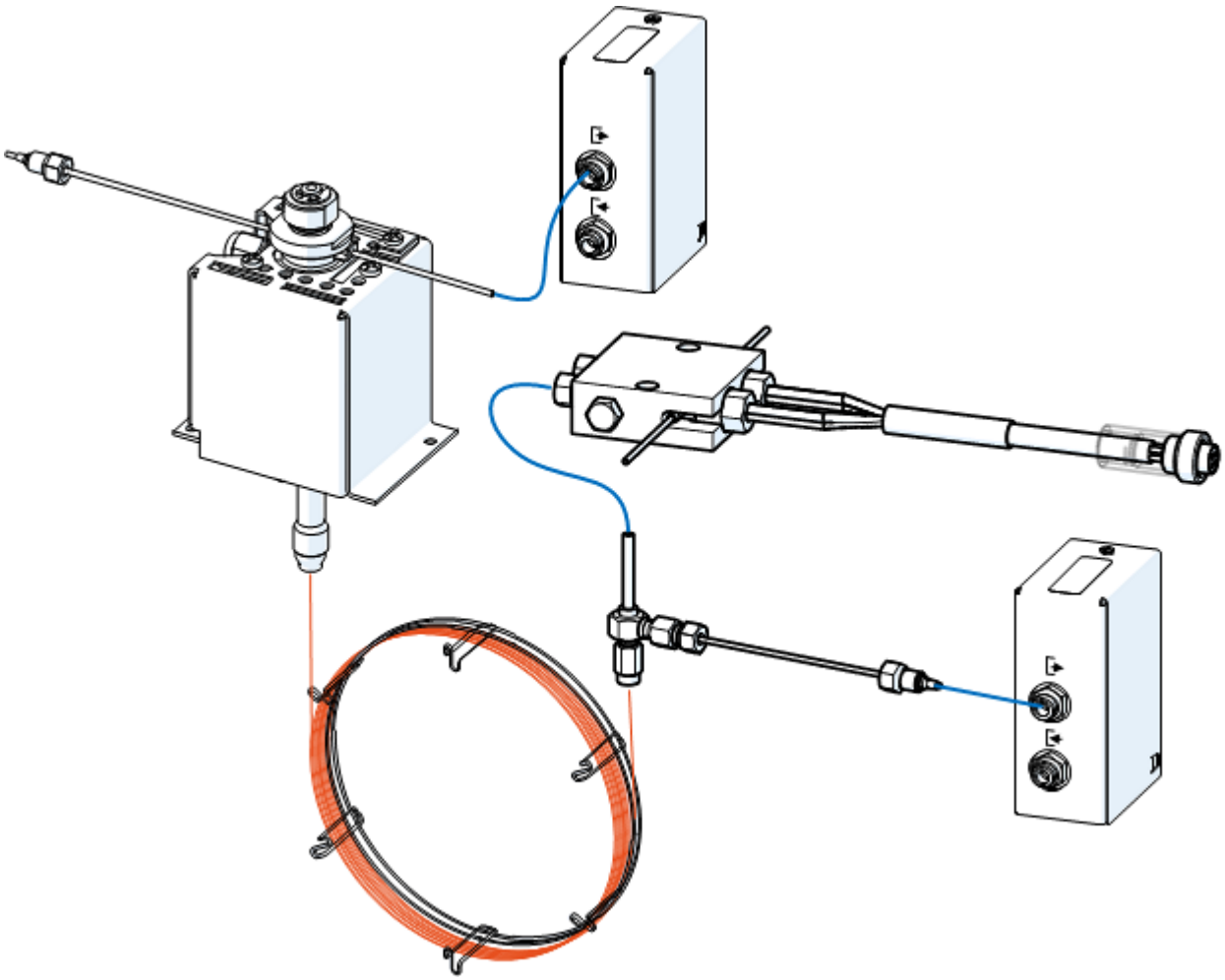


Рисунок 3.5 – Схема газового питания рабочей камеры при работе с капиллярной колонкой. Поддув с помощью тройника 6.453.131-03

3.1.6 Подключение колонок к ДТП

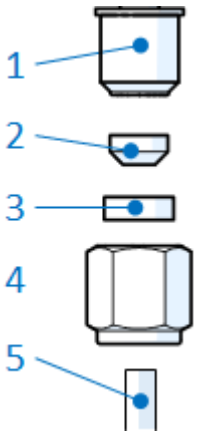
Подключение насадочной колонки в зависимости от типа колонки и материала муфт показано ниже.

Колонки с диаметром концов 5,5 мм (тип 1)

Рекомендуется применение при температуре в термостате колонок менее 230-250 °С.

На конец насадочной колонки надеть гайку 8.930.172, втулку 8.223.013 и муфту 8.220.380.

Колонка насадочная вставляется в штуцер крана до упора. Усилие затяжки гайки 8.930.172 "от руки"



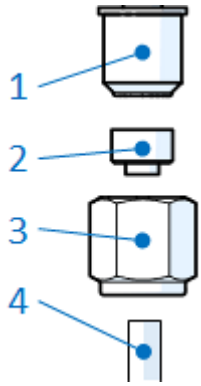
1 – штуцер, 2 – муфта 8.220.380 (резина), 3 – втулка 8.223.013, 4 – гайка 8.930.172, 5 – колонка насадочная

Рисунок 3.6 – Подключение насадочной колонки с помощью резиновых муфт

При уплотнении колонок графитовыми муфтами допускается использование температуры в термостате колонок до 450 °С.

Колонка насадочная вставляется в штуцер крана до упора. Усилие затяжки гайки 8.930.172 "от руки" с последующим доворотом ключом на 30-60 градусов.

При уплотнении стеклянной колонки с помощью графитовых муфт следует соблюдать осторожность во избежание ее поломки.



1 – штуцер, 2 – муфта 6.453.038 (с графитом), 3 – гайка 8.930.172, 4 – колонка насадочная

Рисунок 3.7 – Подключение насадочной колонки с помощью графитовых муфт

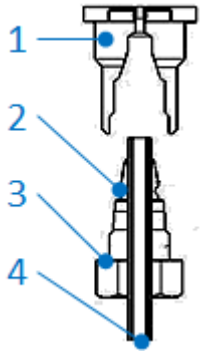
Подключение насадочной колонки в термостате в зависимости от типа колонки и материала муфт показано ниже.

Колонки тип 3 с диаметром подключения 3,0 мм и 1/8’’

Для установки колонок тип 3 используется специальный штуцер в термостате.

Для уплотнения колонки диаметром 3 мм используются Муфты 2 (8.658.038-01), для колонки диаметром 3,18 мм (1/8”) – муфты (8.658.038-03).

Колонка насадочная вставляется в штуцер до упора. Усилие затяжки гайки 3 (8.930.114) "от руки" с последующим доворотом ключом на 30-60 градусов.



1 – штуцер, 2 – муфта, 3 – гайка 8.930.114, 4 – колонка

Рисунок 3.8 – Подключение насадочной колонки (тип 3)

Подключение капиллярной колонки к детекторам ДТП 2.840.005-01.XX

Для подключения капиллярной колонки к детекторам 2.840.005-01.XX используется тройник 6.453.131-03 (поз.4, Рисунок 3.9) или тройник 6.453.131-01 (для штуцера под насадочную колонку тип 3 (3 или 3.18 мм)).

Гайка 3 (8.930.172) и муфта 2 (6.453.038) последовательно устанавливаются на тройник 4, как показано на рисунке. Тройник вставляется в штуцер ДТП 1 до упора, и уплотняется гайкой 3. Усилие затяжки гайки "от руки", с последующим доворотом на 180-270 градусов для новой муфты и 45-60 градусов при повторных уплотнениях.

Боковая трубка 5 диаметром 1.6 мм с муфтой 8.658.039-01 и гайкой 8.930.161 подключается в линию поддува газа-носителя в ДТП.

Подключение колонки:

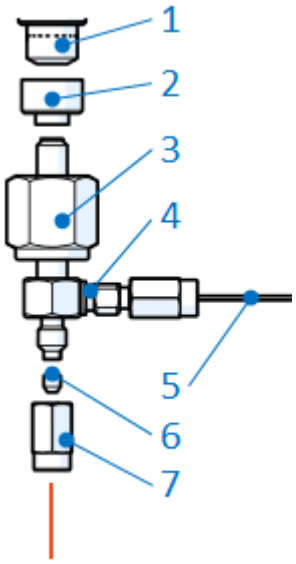
Надеть гайку 7 (8.930.339) и феррулу 6 (например, #072626 SGE, конусом вниз) на конец колонки.

Отрезать конец колонки (5-20 мм). Это позволит избежать попадания графита в колонку. Срез должен быть ровным, без сколов и трещин. Срезанный конец колонки протереть кусочком безворсовой ткани, смоченной в этаноле, для удаления пыли и других загрязнений.

Расположить гайку 7 и феррулу 6 на расстоянии не меньше 30 – 40 мм от нижнего края гайки до конца колонки (выше уровня бокового штуцера), для удобства позицию колонки под гайкой можно отметить маркером или установить кусочек резины (мембраны).

Вставить колонку в тройник, закрутить гайку 7 усилием "от руки", выровнять уровень колонки. Удерживая тройник 4 от проворота ключом (на 8), довернуть гайку 7 ключом (на 7)

на 60-90 градусов так, чтобы колонку нельзя было вытянуть из гайки (колонка зафиксирована феррулой).



1 – штуцер, 2 – муфта 6.453.038, 3 – гайка 8.930.172, 4 – тройник 6.453.131-03, 5 – трубопровод поддува, 6 – феррула, 7 – гайка 8.930.339

Рисунок 3.9 – Подключение капиллярной колонки

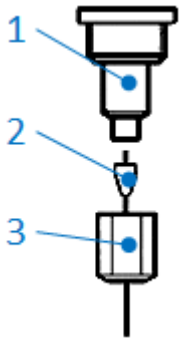
Подключение капиллярной колонки к детектору микро-ДТП 2.840.005-05.00

Капиллярная колонка подключается непосредственно к штуцеру детектора. Для уплотнения используются ферулы Vespel-Graphite по каталогу SGE Кат. № 072663 (отверстие 0.4 мм, для колонок внутр. диам. 0.25 мм и менее), Кат. № 072654 (отв.0.5 мм, для колонок 0.32 мм), Кат. № 072655 (отв.0,8 мм, для колонок 0.53 мм).

На конец колонки установить гайку 8.930.339 с обратным конусом, затем установить ферулу конусом вниз.

Колонку вставить в штуцер до упора (0.8мм от торца ферулы до конца колонки).

Гайка закручивается "от руки" и затягивается ключом на 45-90 градусов, до того момента чтобы колонку нельзя было оттянуть вниз пальцами.



1 – штуцер ДТП, 2 – феррула, 3 – гайка 8.930.339

Рисунок 3.10 – Подключение капиллярной колонки к микро-ДТП

3.1.7 Особенности применения ДТП

Конструктивные исполнения ДТП 2.840.005-01.00, 2.840.005-01.03 и 2.840.005-01.06 с подводящими трубками внешним диаметром 1,6 мм (внутренним – 1,0 мм) рекомендуются для анализа газов и летучих веществ.

Конструктивные исполнения ДТП с подводящими или выходными трубками внешним диаметром 3,0 мм (внутренним – 2,0 мм) рекомендуются для анализа высококипящих или полимеризующихся компонентов.

Микро-ДТП 2.840.005-05.00 применяется при работе с капиллярными колонкам, с расходом газа носителя от 1 до 8 мл/мин.

При программировании температуры термостата колонок для работы детектора с насадочными колонками необходимо применять электронные регуляторы расхода РРГ-10. Это позволяет обеспечить постоянство потока газа на выходе насадочной колонки при изменении ее пневмосопротивления. При необходимости анализа компонентов, имеющих время удерживания близкое к мертвому времени, рекомендуется применять РРГ-11 в режиме "Давление". При этом давление подбирается такое, чтобы расход через колонку был равен расходу газа в ячейке сравнения, это позволяет сгладить провал нулевой линии от ввода пробы.

Детектор по теплопроводности является концентрационным детектором. Отклик детектора на вещество зависит от его концентрации в детекторе. Поэтому чем будет больше поток газа-носителя через детектор, тем ниже будет концентрация анализируемого вещества в детекторе и, следовательно, будет ниже его чувствительность. В связи с этим в газовых схемах следует минимизировать потоки поддува газа-носителя. При этом не следует путать зависимость отклика от потока через детектор (обратная пропорциональность) и зависимость высоты компонента от потока через колонку (прямая пропорциональность). В детекторе ДТП эти два явления борются друг с другом.

На рисунке ниже показана зависимость высоты пика от расхода газа–носителя через измерительную камеру детектора для колонки внутренним диаметром 2 мм (на примере 0,2 об % пропана в гелии).

Наилучшая чувствительность детектора ДТП достигается применением газа–носителя, максимально отличающегося по теплопроводности от анализируемых компонентов. Такими газами являются водород (при анализе большинства компонентов) и аргон (при анализе водорода и гелия). Вместо водорода в качестве газа-носителя часто применяется гелий, т. к. он менее опасен в эксплуатации.

Существуют особые пары компонентов, которые дают "атипичные" пики на ДТП. Например, при анализе водорода на газе–носителе гелии возможна регистрация пиков:

- отрицательных при больших концентрациях водорода;
- положительных при малых концентрациях водорода;
- положительных с инверсной вершиной при средних концентрациях водорода.

При положительных пиках для водорода на газе–носителе гелии относительный коэффициент чувствительности детектора может значительно отличаться от коэффициента чувствительности остальных компонентов. Для количественного определения водорода на детекторе рекомендуется применять газ–носитель аргон или азот.

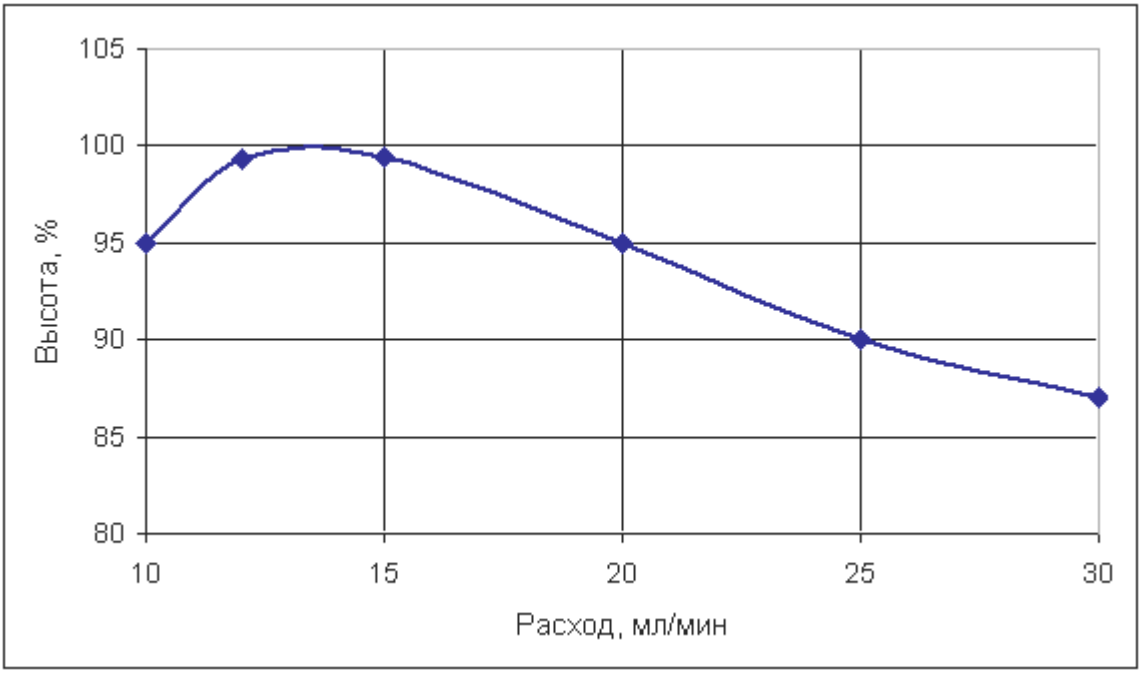


Рисунок 3.11 – Зависимость высоты пика от расхода газа–носителя

3.1.8 Защита спиралей ДТП от окисления

Для защиты термочувствительных элементов ДТП от необратимого окисления в хроматографе реализованы следующие меры.

- Защита спиралей ДТП от перегрева при работе на 100% мощности. При отличии теплопроводности газа-носителя от номинального значения вследствие изменения его состава или отсутствия потока спирали отключаются. Данная защита игнорируется для КС спиралей 5.863.149-01 (108 Ом при 20°С), при задании мощности 25%, а также для этапа "Анализ".
- Автоматическое включение спиралей возможно только при выходе всех газов на заданный режим, прогреве ДТП до заданной температуры и не ранее 15 мин с момента задания режима после включения прибора.
- При расходе любого из заданных в методике газов менее 5 мл/мин в течение более 1 минуты выводится сообщение "Вне нормы" и одновременно включается ток спиралей. После того, как расход газа–носителя восстановится, ток спиралей автоматически включится. Это условие реализуется всегда, вне зависимости от этапа и режима работы хроматографа.

Данные защитные меры эффективны, но не могут защитить термочувствительных элементов ДТП от необратимого окисления всех случаях. Поэтому:

- Нельзя включать терморезисторы ДТП без подачи газа носителя или продувки линий газа носителя после длительного простоя хроматографа.
- Нельзя отсоединять хроматографическую колонку от детектора при включенном хроматографе и температуре детектора ДТП свыше 100 °С.
- При работе с хроматографом без подачи газа носителя в детектор ДТП, терморезистор должен быть выключен, а температура детектора не должна превышать 100 °С.

- При наличии в пробе кислорода необходимо использовать детектор с терморезистором 5.863.149-01 или объем вводимой пробы стараться уменьшить до минимума.

3.1.9 Техническое обслуживание ДТП

Показателями правильной работы ДТП является соответствие характеристик требованиям методики поверки на хроматограф. Поэтому при подозрении о неработоспособности детектора необходимо в первую очередь сравнить соответствующие показатели с нормативами из методики поверки и только потом делать выводы.

Одним из показателей правильной работы детектора является ровная структура шума без всплесков, скачков и беспорядочного дрейфа, как представлено на рисунке.



Рисунок 3.12 – Типичный шум ДТП

В данном разделе описаны встречающиеся неисправности, способы их устранения, а также профилактические работы

Проверка сопротивления термочувствительных элементов

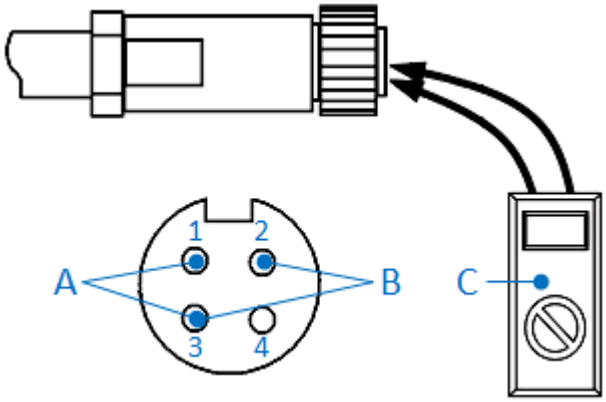
При изготовлении термочувствительные элементы подбираются в пары по номиналам с разницей сопротивлений до 0,1 Ом. В процессе эксплуатации детектора разница сопротивлений (разбаланс) будет со временем увеличиваться. Поэтому периодически необходимо контролировать разбаланс. Рекомендуемая разница сопротивлений для замены составляет не более 0,3 Ом. Тем не менее, работа детектора возможна при разбалансе сопротивлений до 0,5 – 0,8 Ом. Критическим будет являться такой разбаланс, при котором усилитель не может отбалансироваться до рекомендуемого значения 1000 мВ. В этом случае термочувствительные элементы однозначно подлежат замене.

Проверка сопротивлений термочувствительных элементов производится только в условиях температурной стабильности детектора. Как правило, проверку осуществляют на отключенном от сети приборе, остывшем до комнатной температуры. Допускается производить проверку сопротивлений на прогретом в течение не менее 30 мин до рабочих температур хроматографе при соблюдении всех мер предосторожности.

Проверка сопротивления спиралей ДТП:

- если проверка осуществляется на прогретом приборе, отключить программно спирали ДТП;
- снять правую боковую стенку хроматографа;
- отсоединить кабель от усилителя ДТП;
- измерить сопротивление термочувствительных элементов;

Если разница сопротивлений термочувствительных элементов больше 0,5 Ом, то их необходимо заменить.



A – элемент 1, B – элемент 2, C – мультиметр

Рисунок 3.13 – Проверка сопротивления спиралей ДТП

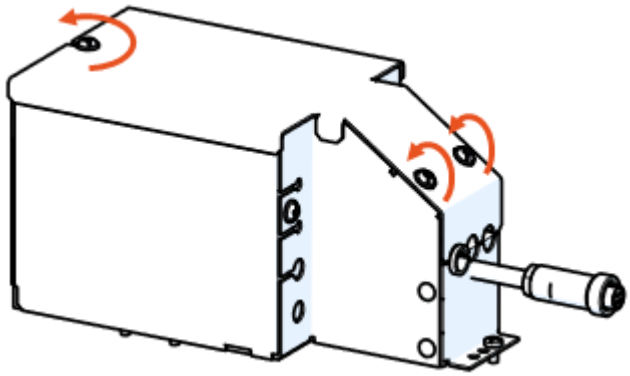
Замена терморезисторов

Перед заменой терморезистора необходимо выключить хроматограф и, если детектор был нагрет, необходимо дождаться его охлаждения до комнатной температуры, чтобы не обжечься.

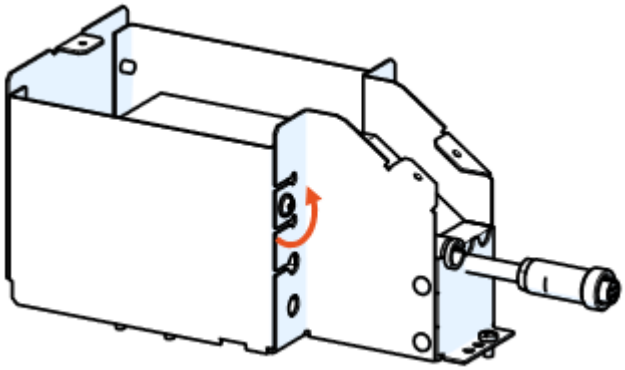
Все действия, связанные с демонтажом, рекомендуется фиксировать, это облегчит последующую сборку.

Замена терморезистора детекторов конструктивного исполнения 214.2.840.005-01.00 ... 214.2.840.005-01.08:

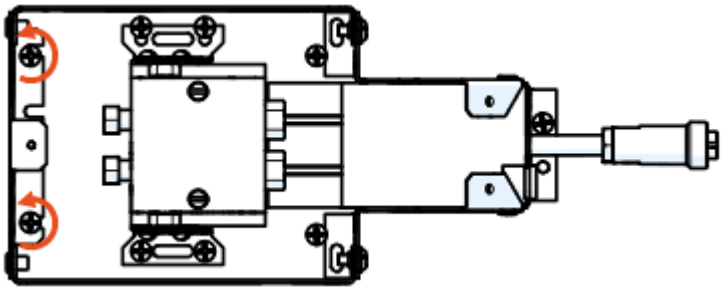
- Полностью снять все элементы защитного кожуха детектора и удалить теплоизоляцию, при этом запоминая порядок ее укладки.
- Ослабить левый винт и открутить оба правых винта крышки кожуха. Сдвинуть немного крышку кожуха вправо и снять.



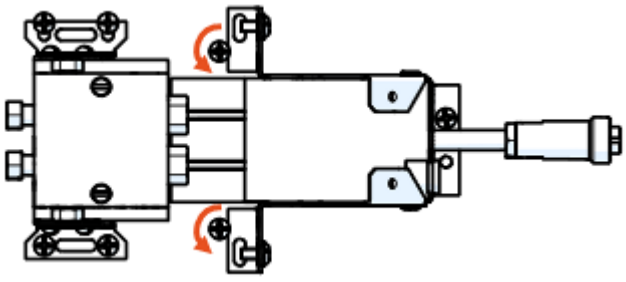
- Удалить теплоизоляцию детектора и отвернуть два винта на правой стенке кожуха.



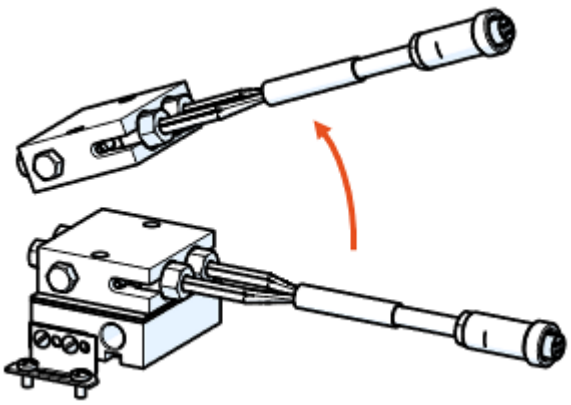
- Внутри кожуха ослабить два винта крепления левой стенки кожуха и снять ее.



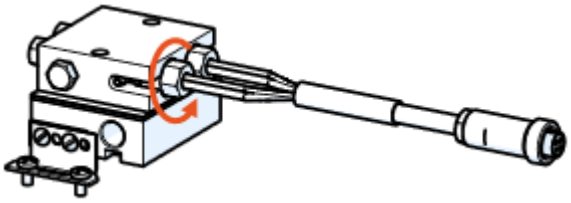
- Внутри кожуха открутить два винта крепления правой стенки кожуха и снять его.



- Снять правую боковую стенку хроматографа и отсоединить кабель терморезистора ДТП от усилителя ДТП.
- Если на нагревательной платформе установлено 2 или 3 детектора, а произвести смену терморезистора ДТП нужно на нижнем детекторе, то необходимо открутить два винта прижимающих все детекторы к нагревательной платформе и верхние детекторы отогнуть влево.



- Открутить гайки, прижимающие термочувствительные элементы к камерам ДТП, предварительно смазав резьбовые соединения спиртом, и извлечь элементы. Если гайки открутить не удалось, то детектор подлежит замене целиком;



После снятия терморезистора, тщательно продуть камеры детектора и визуально проконтролировать отсутствие посторонних частиц;

Установить новый терморезистор ДТП, обращая внимание на параллельность расположения термочувствительных элементов в камере.

Гайки, уплотняющие термочувствительные элементы закручивают без усилий до упора, затем затягивают ключом на 45 градусов и проверяют герметичность детектора, в случае негерметичности гайки можно подтянуть на 10-20 градусов и снова проверить герметичность. Производить затяжку гаек рекомендуется на снятом детекторе, зажатом в тисках или в разводном ключе.

Детектор собрать в обратном порядке.

Проверка герметичности газовой схемы

Негерметичность газового тракта с ДТП приводит к сокращению ресурса термочувствительных элементов и увеличению погрешности анализа.

Проверка герметичности выполняется каждый раз при демонтаже/монтаже любого элемента газовой схемы, после транспортировки прибора, вводе в эксплуатацию после длительного простоя, а также при косвенных признаках по результатам анализа, указывающих на возможную негерметичность.

Действия.

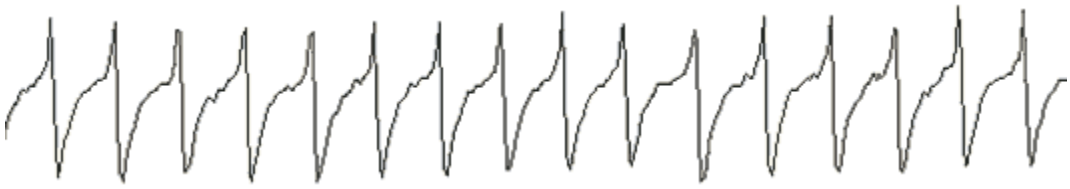
- Для проверки герметичности газового тракта с ДТП необходимо в конфигурации прибора установить тестовый режим и отключить спирали детектора.

- Используя газовую схему прибора установить на все возможные выходы газа-носителя заглушки из ЗИПа прибора. Допускается проводить проверку герметичности не всей газовой схемы сразу, а по отдельным газовым трактам. Как правило, отдельной проверки требует тракт подачи пробы в хроматограф.
- Установить на входе прибора давление газа-носителя на 0,1 МПа, больше обычно устанавливаемого для работы.
- Для всех РРГ-10 задать расход газа-носителя 100 мл/мин, для всех РРГ-11 – 400кПа и выждать время, пока измеренное значение расходов по соответствующим каналам РРГ не установится. Расход должен упасть до 0 – 0,1 мл/мин, при условии собственной герметичности РРГ. При наличии РРГ-11 можно проверять герметичность по падению давления в линии. Проверка по падению давления возможна только в условиях температурной стабилизации окружающего воздуха (отсутствие сквозняков и работающего кондиционера) и проверяемых трактов. Проверяемый газовый тракт подключают на выход РРГ-11. Задают на регуляторе давление 400 кПа. Выжидают время, пока расход не установится около 0 мл/мин. Затем задают на РРГ-11 значение 0 кПа и следят за падением давления в линии. Допустимое падение давления – не более 2% (8 кПа) от первоначального значения за 30 мин.

Возможные места утечки газа (как правило, в соединениях и сварных швах) проконтролировать течеискателем газа, прокапыванием этанолом, акустическим течеискателем и пр. Применение пенообразующих растворов нежелательно во избежание возможного попадания внутрь трубопроводов и последующего влияния на работу прибора, но в крайних случаях допустимо. После применения пену необходимо тщательно смыть.

Промывка детектора

В некоторых случаях при работе с ДТП в выхлопных трубопроводах детектора возможно образование жидкого конденсата, из-за чего возникают прострелы вверх-вниз и мешают нормальной работе детектора.



Конденсат возникает в следующих случаях:

- при выполнении анализов с применением насадочных колонок, заполненных сорбентом с большим содержанием жидкой фазы, при температурах близких к максимальным температурам для данного сорбента,
- при выполнении анализов проб, содержащих в значительных количествах компоненты с температурами кипения выше 100 – 150 °С. Из-за конденсата в трубопроводах.

Для профилактики от конденсата рекомендуется использовать широкие обогреваемые выходные трубопроводы ДТП и располагать их под небольшим отрицательным углом к горизонту.

Конденсат устраняют промывкой детектора на отключенном от сети приборе. Конструкция детектора позволяет проводить промывку детектора как полярными (например, ацетон) так

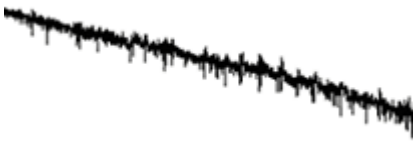
и неполярными органическими растворителями (например, гексан). Для промывки необходимо:

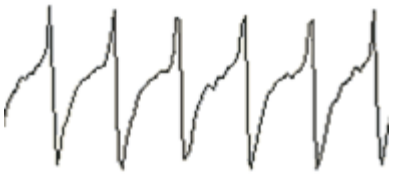
- отсоединить выходной конец аналитической колонки от входа в детектор,
- подготовить медицинский шприц с иглой, любую резиновую прокладку для герметичного соединения с входным штуцером в детектор (например, мембрану испарителя), заполнить шприц ацетоном и, герметично присоединив его к входному штуцеру в детектор, прокачать растворитель через детектор.
- на выходе из детектора следует собирать вытекающий растворитель;
- сразу после промывки обязательно продуть детектор газом-носителем или воздухом для удаления остатков растворителя,
- присоединить обратно аналитическую колонку,
- включить хроматограф, задать ему рабочий режим, выждать некоторое время, пока не отдуются остатки растворителя.

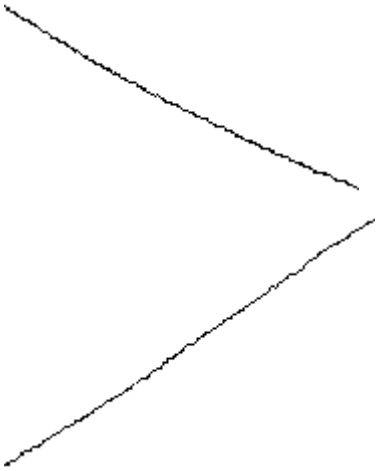
Запрещается оставлять растворитель в детекторе на длительное время.

Запрещается промывать детектор вышеописанным способом, в случаях, когда, согласно газовой схеме хроматографа, растворитель может попасть в краны-переключатели или другие, содержащие фторопластовые элементы.

Возможные неисправности и способы их устранения

Признак неисправности	**Возможная причина**	**Способ устранения**
Повышенный уровень шумов 	Электронная природа	Подключить к усилителю специальный эквивалент. При подтверждении электронной природы шумов заменить усилитель ДТП и/или блок питания ГХ.
	Температурная нестабильность	Проконтролировать укладку теплоизолятора вокруг детектора на отсутствие щелей. При необходимости добавить И/или заменить датчик температуры детектора. И/или обеспечить стабилизацию питающего напряжения ГХ.
	Нестабильность потоков газов	Заменить редуктор на баллоне с газом носителем. И/или заменить РРГ. И/или заменить/регенерировать фильтры. Проверить герметичность, при необходимости восстановить.
	"Грязь" из колонки или трубопроводов	Заменить газ-носитель. Откондиционировать или

		заменить колонку. Заменить трубопроводы. Промыть камеру детектора.
	Вибрации	Устранить вибрации
	Нестабильная работа терморезисторов	Заменить терморезисторы
	Влияние работы соседних приборов, подключенных к одной газовой линии	Подключить приборы к индивидуальным газовым линиям. И/или установить на входе питающих газов в прибор дополнительные регуляторы давления.
Периодические всплески вверх-вниз на хроматограмме 	Конденсат в выходных трубопроводах	Промыть детектор
	Резкое изменение давления в комнате	Установить на выход ДТП специальные пневмосопротивления с буферной ёмкостью.
	Газовая нестабильность Влияние работы соседних приборов, подключенных к одной газовой линии	Способы описаны выше.
Спираль ДТП не включается	Не выполнены условия для включения: газы или температура ДТП вне нормы, не прошло 15 мин с момента задания режима после включения ГХ	Добавить давление газа-носителя на входе в прибор, дождаться выхода на заданные параметры газов и температур, выждать 15 минутный интервал
	Перегрев спирали	Проверить герметичность. Выставить мощность спиралей в соответствие используемому газу-носителю. Выровнять расходы газа-носителя через рабочую и сравнительную ячейку. Подождать, пока линия газа-носителя отдуется от воздуха, затем включить спирали.
Усилитель не может отбалансироваться	Разбаланс терморезисторов	Проверить разбаланс терморезисторов, при необходимости заменить.
	Разный поток газа-	Выровнять потоки газа-носителя

	носителя через рабочую и сравнительную ячейки	
Низкая чувствительность	Отключены спирали	Включить спирали
	Несоответствие мощности спиралей газу-носителю	Выставить мощность 100% при использовании гелия или водорода в качестве газа-носителя
	Слишком высокая температура детектора	
	Негерметичность	Устранить негерметичность
	Объём вводимого образца меньше ожидаемого	Увеличить объём
	Слишком высокий поток газа-носителя	Оптимизировать рабочий режим: уменьшить поток, увеличить температуру колонки
Монотонный дрейф 	Температура ДТП изменяется	Дождаться стабилизации температуры детектора
	Меняется чистота газа-носителя	Заменить/регенерировать фильтры. Заменить баллон.
	С колонки выходят "тяжёлые" компоненты	Прокондиционировать колонку.
	Негерметичность	Устранить негерметичность
	Меняется поток газа-носителя через ячейки	Выровнять и стабилизировать потоки через рабочую и сравнительную ячейки.
	Изменение температуры фильтров по газу-носителю.	Стабилизировать температуру фильтров.
Отсутствует сходимость между анализами	Негерметичность	Восстановить герметичность
	Проба нестабильная.	Обеспечить стабильный однофазный проток пробы через дозирующее устройство.
	Сорбция пробы в газовых линиях	Заменить газовые линии на инертные по отношению к пробе

Некоторые операции, такие как, замена датчика температуры детектора, рекомендуется обратиться на завод-изготовитель или к официальному представителю.

За консультацией и решением прочих неисправностей следует обращаться к заводу-изготовителю.

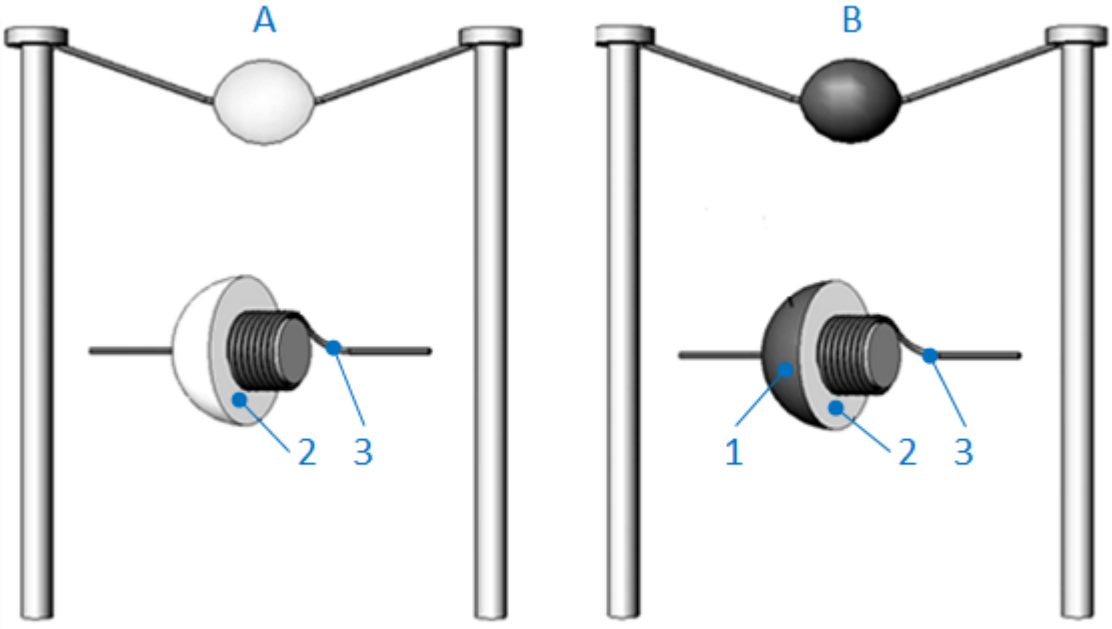
3.2 Детектор термохимический (ДТХ)

3.2.1 Принцип действия ДТХ

Детектор предназначен для детектирования горючих газов и кислорода, в частности водорода в гелии и кислорода в аргоне.

Принцип действия ДТХ основан на измерении теплового эффекта каталитического сжигания пробы на поверхности термочувствительной проволоки.

ДТХ состоит из одного каталитического и одного компенсационного датчика соединенных в мостовую измерительную схему. Датчик представляет собой спираль из термочувствительной проволоки, запрессованной в шарик из керамики диаметром около 1 мм. Компенсационный датчик покрытия на шарике не имеет (цвет элемента белый). Шарик каталитического датчика покрывается катализатором с рабочей температурой реакции (400–500) °С (цвет элемента черный).



A – датчик компенсационный, B – датчик каталитический

1 – каталитическое покрытие, 2 – керамика, 3 – спираль

Рисунок 3.14 – Датчики детектора ДТХ

При прохождении пробы происходит ее сгорание на каталитических датчиках, выделяющаяся при этом теплота повышает температуру нити и, следовательно, ее сопротивление. Изменение сопротивления нити, пропорциональное концентрации анализируемого вещества, фиксируется с помощью обычной мостовой схемы.

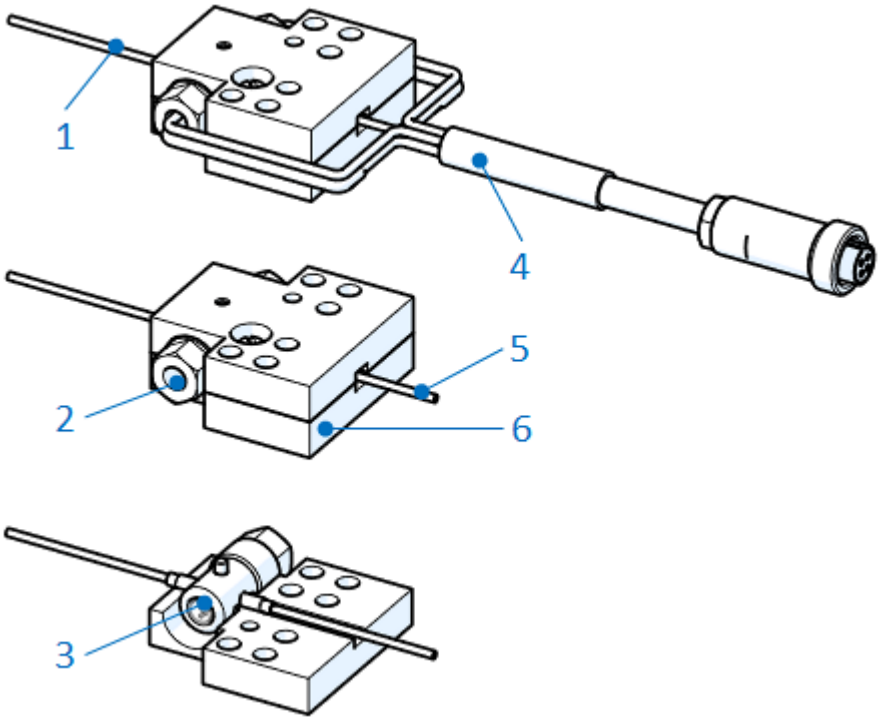
Для того, чтобы начался процесс горения пробы на поверхности катализатора, при определении горючих газов (водород, метан, пропан и т.д.), при использовании гелия или иного инертного газа в качестве газа-носителя, в поток газа после выхода с колонки добавляют газ-окислитель (воздух или кислород). При анализе кислорода, поддувают газ-восстановитель, обычно водород.

Для стандартных веществ и условий тестирования линейный диапазон ДТХ составляет свыше 10^3.

Конструкция ДТХ 214.5.184.023-01.00

Конструкция ДТХ – Рисунок 3.15.

Каталитический и компенсационный датчик смонтирован в терморезистор 4, который помещаются камеру 3 с входным и выходным трубопроводом. Камера 3 устанавливается в алюминиевый корпус, который состоит из двух половинок, соединенных винтами.



1 – вход, 2 – гайка 8.930.312, 3 – камера ДТХ 5.887.032, 4 – терморезистор 5.863.173, 5 – выход, 6 – корпус ДТХ

Рисунок 3.15 – Конструкция детектора ДТХ 214.5.184.023-01.00 в разрезе

На одной нагревательной платформе могут быть установлено от одного до трех детекторов ДТХ. Детекторы ДТХ на нагревательную панель могут устанавливаться совместно с детекторами ДТП.

Конструкция ДТХ позволяет сменить терморезистор пользователем на рабочем месте. Время смены терморезистора ДТХ составляет не более 10 минут.

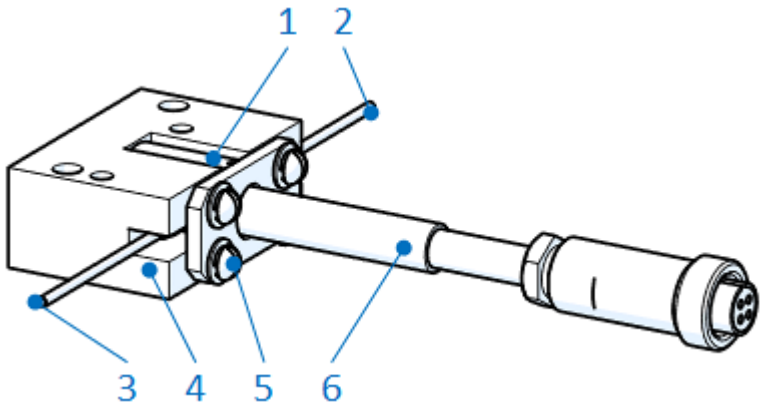
Детектор подключается к усилителю "ДТХм2" 214.5.173.036.

Конструкция ДТХ 214.5.184.023-02.00

Каталитический и компенсационный датчик смонтирован в терморезистор детектора, который помещается в камеру детектора и крепится 4 винтами (Рисунок 3.16). Герметизация терморезистора производится с помощью резинового уплотнительного кольца. **Максимальная температура ДТХ 214.5.184.023-02.00 составляет 80 °С**.

Конструкция ДТХ позволяет сменить терморезистор пользователем на рабочем месте. Время смены терморезистора ДТХ составляет не более 10 минут.

Детектор подключается к усилителю "ДТХм3" 214.5.173.050.



1 – камера ДТХ 5.887.046, 2 – выход, 3 – вход, 4 – корпус ДТХ 8.034.921, 5 – винты крепления датчика, 6 – терморезистор ДТХ 5.863.205

Рисунок 3.16 – Конструкция детектора ДТХ 214.5.184.023-02.00

3.2.2 Подключение газов к ДТХ

Возможные варианты схем подключений приведены ниже.

Ввод пробы осуществляется через испаритель или кран-дозатор. На входе в детектор ДТХ в разрыв трубопровода ∅1,6 мм устанавливается коллектор, 6.617.014-01 к которому подводится газ-поддув.

При последовательном детектировании ДТП-ДТХ коллектор 6.617.014-01 размещается аналогичным образом после детектора ДТП.

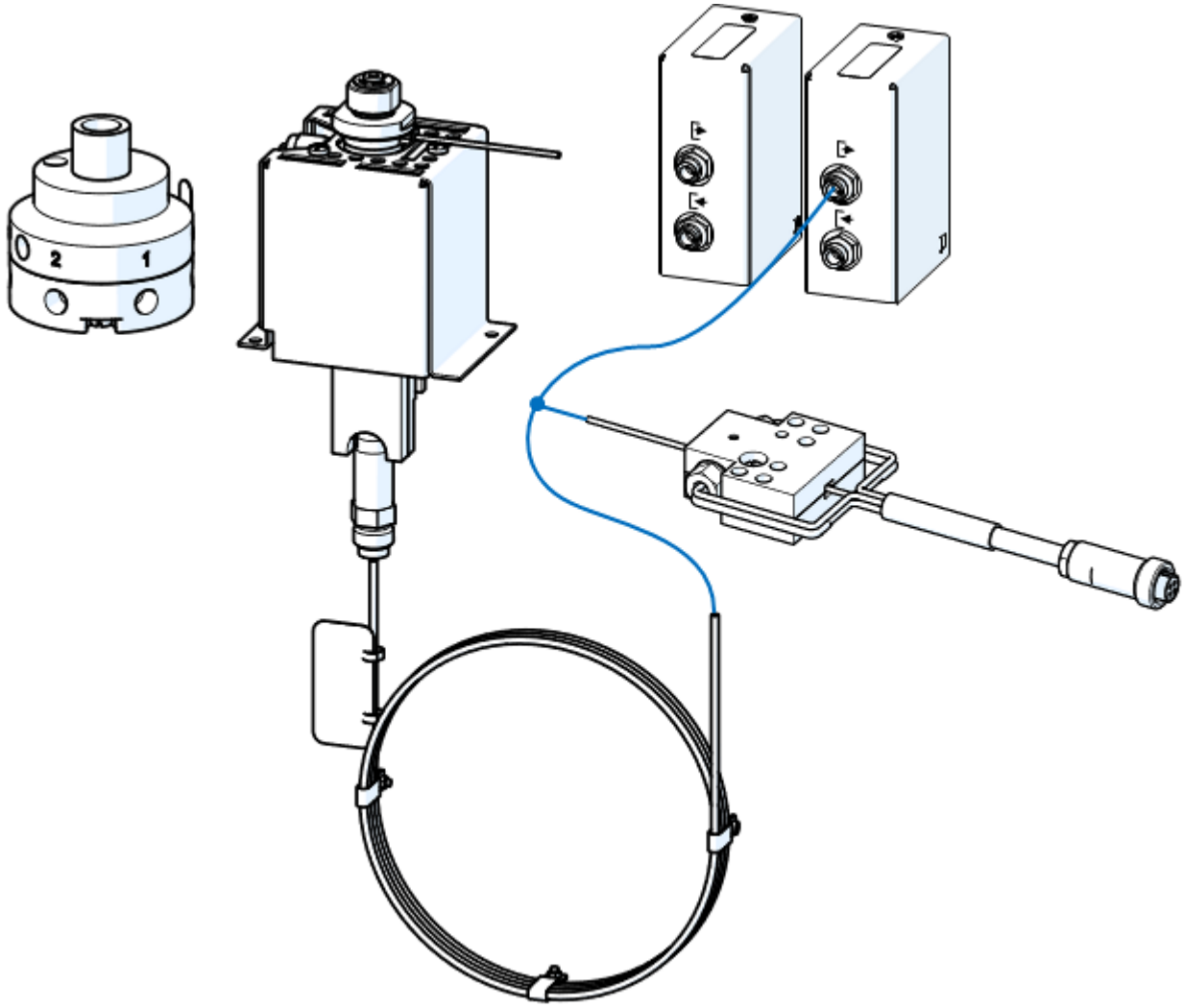


Рисунок 3.17 – Подключение детектора ДТХ к насадочной колонке

3.2.3 Подключение колонок к ДТХ

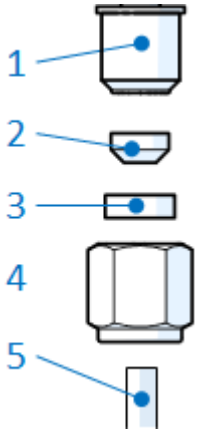
Подключение насадочной колонки в зависимости от типа колонки и материала муфт показано ниже.

Колонки с диаметром концов 5,5 мм (тип 1)

Рекомендуется применение при температуре в термостате колонок менее 230-250 °С.

На конец насадочной колонки надеть гайку 8.930.172, втулку 8.223.013 и муфту 8.220.380.

Колонка насадочная вставляется в штуцер крана до упора. Усилие затяжки гайки 8.930.172 "от руки"



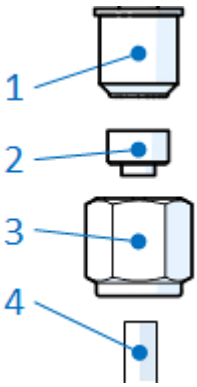
1 – штуцер, 2 – муфта 8.220.380 (резина), 3 – втулка 8.223.013, 4 – гайка 8.930.172, 5 – колонка насадочная

Рисунок 3.18 – Подключение насадочной колонки с помощью резиновых муфт

При уплотнении колонок графитовыми муфтами допускается использование температуры в термостате колонок до 450 °С.

Колонка насадочная вставляется в штуцер крана до упора. Усилие затяжки гайки 8.930.172 "от руки" с последующим доворотом ключом на 30-60 градусов.

При уплотнении стеклянной колонки с помощью графитовых муфт следует соблюдать осторожность во избежание ее поломки.



1 – штуцер, 2 – муфта 6.453.038 (с графитом), 3 – гайка 8.930.172, 4 – колонка насадочная

Рисунок 3.19 – Подключение насадочной колонки с помощью графитовых муфт

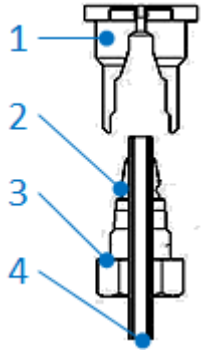
Подключение насадочной колонки в термостате в зависимости от типа колонки и материала муфт показано ниже.

Колонки тип 3 с диаметром подключения 3,0 мм и 1/8’’

Для установки колонок тип 3 используется специальный штуцер в термостате.

Для уплотнения колонки диаметром 3 мм используются Муфты 2 (8.658.038-01), для колонки диаметром 3,18 мм (1/8”) – муфты (8.658.038-03).

Колонка насадочная вставляется в штуцер до упора. Усилие затяжки гайки 3 (8.930.114) "от руки" с последующим доворотом ключом на 30-60 градусов.



1 – штуцер, 2 – муфта, 3 – гайка 8.930.114, 4 – колонка

Рисунок 3.20 – Подключение насадочной колонки (тип 3)

3.2.4 Особенности применения детектора ДТХ

Температуру детектора ДТХ при работе устанавливают согласно методике проводимых анализов. Для стабильного поддержания температуры детектора минимальную температуру рекомендуется устанавливать не ниже (50–60) °С. Зависимость высот и площадей пиков водорода от температуры минимальна. В диапазоне температур детектора от 60 до160 °С отклики по водороду меняются не более чем на 2%. **Максимальная температура ДТХ 214.5.184.023-02.00 составляет 80 °С**

У детектора ДТХ 214.5.184.023-02.00 на газе носителе гелий и водород у детектора очень высокое шумы и работать на них не рекомендуется.

Детектор ДТХ 214.5.184.023-01.00 метан не детектирует, детектор ДТХ 214.5.184.023-01.00 метан детектирует.

Зависимость высоты и площади пика водорода от расхода газа поддува (воздуха, Рисунок 3.21). Максимальные высота и площадь пика достигаются при расходе воздуха (10–20) мл/мин, при увеличении расхода отклики падают абсолютно одинаково.

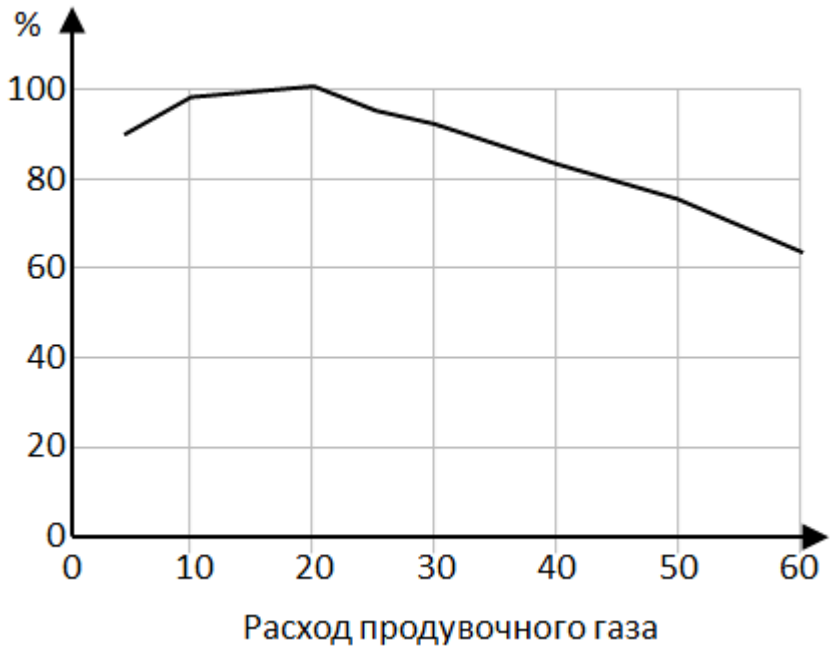


Рисунок 3.21 – Зависимость площади пика от расхода газа поддува

При расходах воздуха 20 мл/мин и ниже наблюдается искажение пиков (Рисунок 3.22).

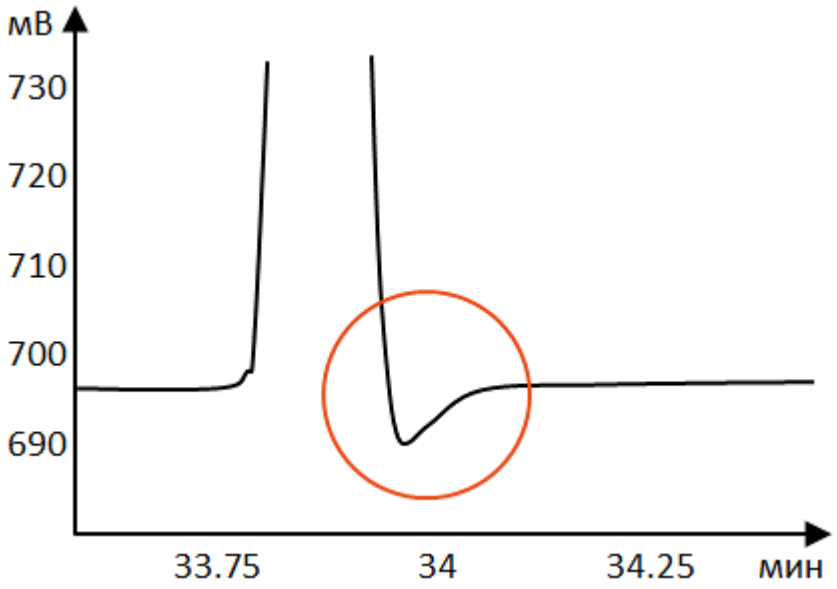


Рисунок 3.22 – Искажения пика водорода (отрицательный выброс) при малых расходах поддувочного газа (воздуха)

Искажение пиков полностью пропадает при расходах поддувочного газа воздуха от 25 до 30 мл/мин. Исходя из приведенного выше, оптимальным расходом поддувочного газа (воздуха) при анализе водорода является расход 30 мл/мин.

3.2.5 Техническое обслуживание ДТХ

Все работы по обслуживанию детектора следует проводить при выключенном хроматографе.

Мойку детектора ДТХ можно производить только после демонтажа датчиков!

Мойка ДТХ с датчиками выводит датчики из строя.

Проверка сопротивления чувствительных элементов

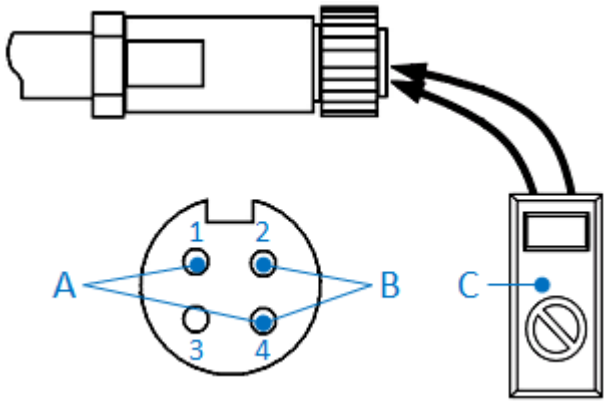
В детекторе ДТХ применяются два датчика (1 компенсационный и 1 каталитический) сопротивлением (5±2) Ом.

Датчики подобраны по сопротивлениям при изготовлении детектора. При поставке пара датчиков представляет собой сборку с кабелем (Терморезистор).

Если во время работы электронной схеме усилителя не удается подстроить "нулевой" сигнал детектора до рекомендуемого значения 800-1000 мВ, то необходимо проверить целостность датчиков ДТХ.

- снять правую боковую стенку хроматографа;
- отсоединить кабель от усилителя ДТХ;
- измерить сопротивление датчиков.

Если сопротивление датчиков больше 7 Ом, то их необходимо заменить.



A – датчик 1, B – датчик 2, C – мультиметр

Рисунок 3.23 – Проверка сопротивления датчиков ДТХ

Замена терморезисторов

Действия по замене терморезистора ДТХ являются сложной операцией, и выполнять её рекомендуется прошедшим обучение специалистам или региональным представителем СКБ "Хроматэк".

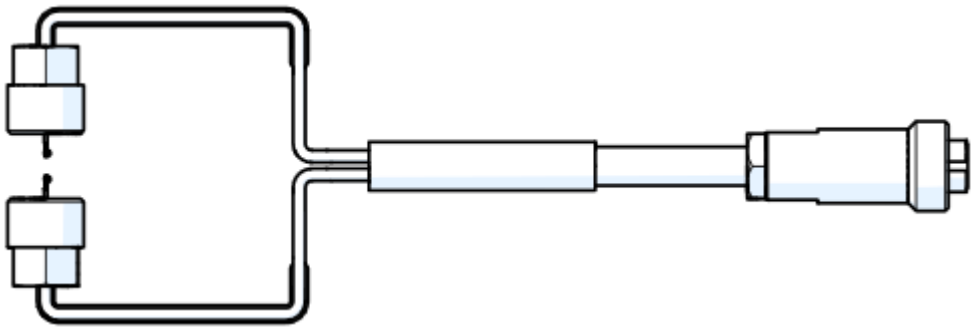
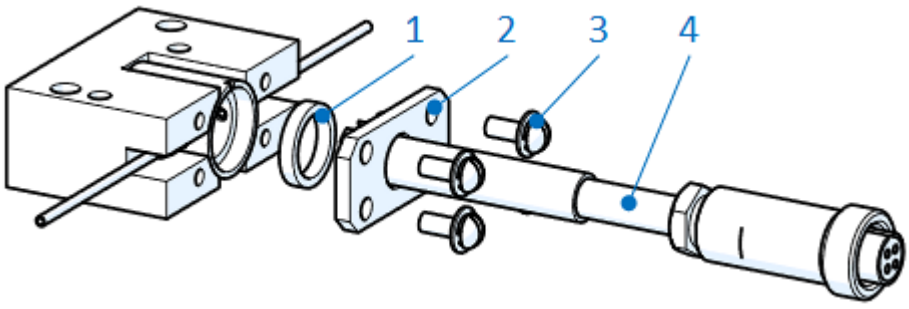


Рисунок 3.24 – Терморезистор ДТХ 214.5.863.173

Замена терморезистора на ДТХ 214.5.184.023-01.00**:**

- отсоединить кабель усилителя от детектора;
- Полностью снять все элементы защитного кожуха детектора и удалить теплоизоляцию, при этом запоминая порядок ее укладки снять кожух, защищающий контакты детектора, демонтаж кожуха детектора ДТХ аналогичен демонтажу кожуха детектора ДТП;
- отвернуть 2 гайки 214.8.930.312 крепления датчиков ДТХ;
- осторожно, извлечь датчики терморезистора;
- тщательно продуть камеру детектора, визуально проконтролировав наличие посторонних частиц;
- установить новый терморезистор 214.5.863.173, контролируя герметичность детектора, ключом затянуть гайки 214.8.930.312;
- собрать кожух детектора и уложить теплоизоляцию в обратном порядке.



1 – резиновое кольцо, 2 – прижимная пластина, 3 – винты крепления датчика, 4 – терморезистор 5.863.205

Рисунок 3.25 – Установка терморезистора ДТХ

Замена терморезистора на ДТХ 214.5.184.023-02.00:

- отсоединить кабель детектора от усилителя;
- снять кожух, защищающий корпус детектора;
- отвернуть 4 винта крепления датчика ДТХ;
- осторожно, извлечь терморезистор из камеры детектора;

- тщательно продуть камеру детектора, визуально проконтролировав наличие посторонних частиц;
- в камеру детектора, установить, на посадочное место, резиновое уплотнительное кольцо.
- установить новый терморезистор. Ключ терморезистора должен быть направлен к верху или низу детектора.
- завернуть 4 винта, после закручивания винтов, зазор между прижимной пластиной терморезистора и корпусом детектора, должен быть равномерным.
- собрать детектор в обратном порядке.

Проверка герметичности ДТХ

Проверка герметичности проводится после смены терморезистора ДТХ или после монтажа подводящих газовых линий:

- Заглушить штуцер подключения колонок;
- заглушить выход детектора ДТХ с помощью переходника 6.115.120 и заглушки 8.632.053;
- установить расход поддувочного газа 100 мл/мин;
- если расход установится, или не упадет с течением времени до 0, то герметичность детектора нарушена. В этом случае необходимо проверить монтаж подводящих газовых линий и подтянуть винты крепления датчика ДТХ;
- если расход упал до 0 мл/мин – детектор герметичен;
- снять заглушки с детектора. При этом следует помнить, что сброс давления в детекторе после проверки герметичности необходимо проводить осторожно, так как сильный поток газа может повредить датчики.

3.3 Детектор пламенно-ионизационный (ПИД)

3.3.1 Принцип действия ПИД

Работа ПИД основана на изменении фонового тока водородного пламени при внесении в него органического вещества.

Фоновый ток самого водородного пламени чрезвычайно мал. Органические вещества, сгорая в водородном пламени, вызывают протекание тока, между коллекторным электродом и горелкой детектора, к которой приложено напряжение. Протекающий ток пропорционален количеству органического вещества, сгоревшего в пламени детектора.

ПИД обнаруживает большинство органических соединений, содержащих связь С–Н. Детектор обладает малой инерционностью и малым рабочим объемом.

Линейный диапазон ПИД составляет свыше 10^7.

3.3.2 Конструкция и установка ПИД



В ПИД используется напряжение 200 В. Запрещается обслуживание детектора при включенном хроматографе и снятом кожухе детектора.



В ПИД используется водород для горения пламени. Смесь водорода и воздуха является взрывоопасной. При незаглушенном входном штуцере детектора или не присоединенной колонке водород будет накапливаться в термостате колонок, что может привести к взрыву.



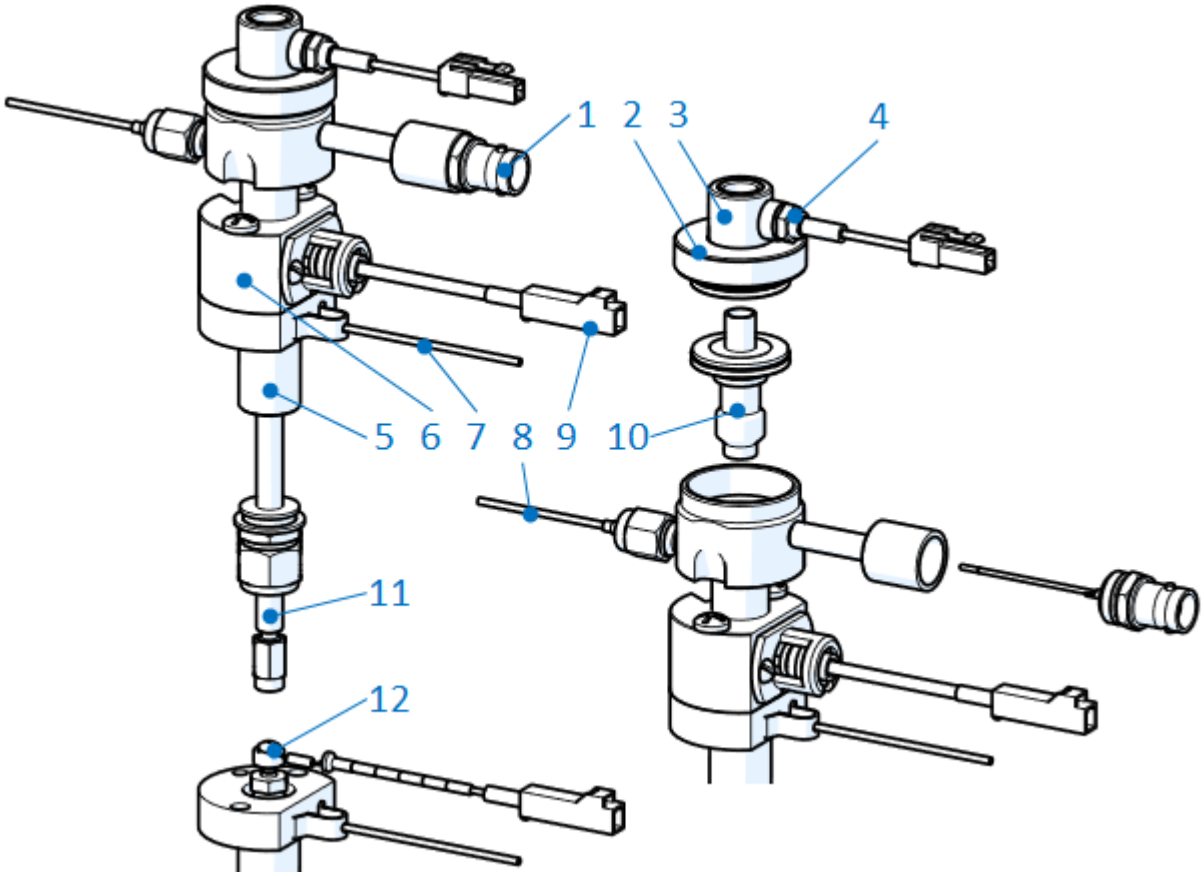
Прикосновение к нагретым частям детектора может приводить к ожогам.

Конструкция детектора ПИД 2.840.042-01.04 (Рисунок 3.26).

Конструкция детектора ПИД позволяет извлекать коллекторный электрод для чистки без применения инструмента. Время извлечение коллекторный электрода не более 1 минуты.

Горелки с увеличенным диаметром сопла 5.877.031-01 и 5.877.031-02 поставляются по заказу в комплекте ЗИП детектора ПИД.

Детектор ПИД состоит из двух частей, которые соединяются с помощью двух латунных винтов М4.



1 – контакт 6.622.051 (к усилителю), 2 – гайка 8.936.075, 3 – крышка 8.054.257 с верхним изолятором (внутри), 4 – свеча поджига (кабель 6.644.182), 5 – корпус 6.113.220 (нижний), 6 – корпус 6.113.161 (верхний, 7 – трубопровод водорода, 8 – трубопровод воздуха, 9 – контакт 6.622.046 (+200В), 10 – коллекторный электрод 7.660.041 с нижним изолятором, 11 – переходник 6.115.318 (на капиллярную колонку), 12 – горелка.

Рисунок 3.26 – Конструкция ПИД 2.840.042-01.04 в разрезе

В верхней части детектора установлены:

- свеча поджига пламени;
- коллекторный электрод;
- контакт с разъемом, предназначенным для подключения усилителя ПИД;
- контакт "+200 В" через который подается напряжение на горелку.

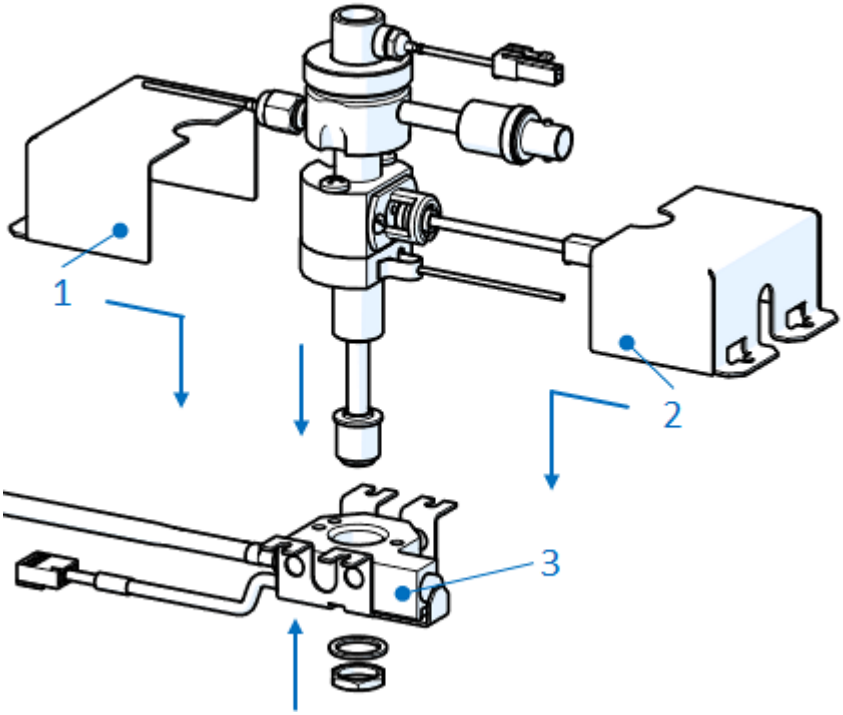
В нижней части детектора установлены:

- горелка ПИД;
- две направляющие верхней части детектора.

Горелка:

- 5.877.031 диаметр сопла 0,4 мм;
- 5.877.031-01 (сопло 0,5 мм);
- 5.877.031-02 (сопло 0,6 мм);

Детектор устанавливается в стандартное посадочное место нагревательной панели (Рисунок 3.27).



1, 2 – кожухи, 3 – нагреватель

Рисунок 3.27 – Установка ПИД

Входной штуцер детектора проходит через отверстие нагревательной панели и подтягивается в термостате колонок гайкой (Рисунок 3.26). Штифт в нижней части корпуса детектора при этом входит в центрирующее отверстие нагревательной панели. Нижняя часть детектора закрывается кожухами 1 и 2. В хроматографе может быть установлено два детектора ПИД на отдельных нагревательных панелях.

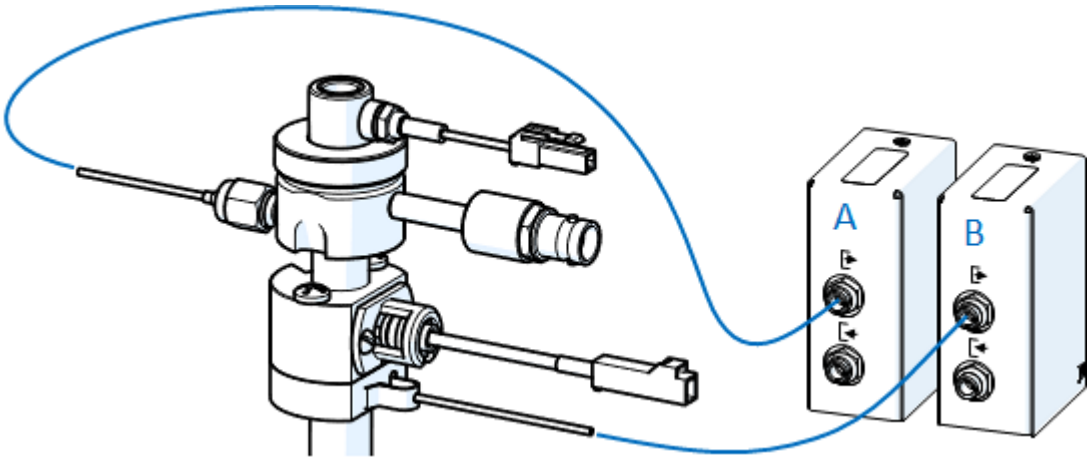
В правый отсек хроматографа устанавливается и подключается плата стабилизатора 200 В, которая формирует поляризующее напряжение на горелке ПИД. При установке двух детекторов поляризующее напряжение на горелки подается с одной платы.

Усилитель расположен в правом отсеке. Кабель от усилителя подключается к соответствующему разъему детектора. Идентификация номера детектора (ПИД-1, ПИД-2) обеспечивается усилителем.

Свеча поджига с помощью кабеля подключается к модулю поджига, который расположен на плате силового модуля.

3.3.3 Подключение газов к ПИД

Питание газами детектора ПИД при работе с насадочной и капиллярной колонкой отличается.

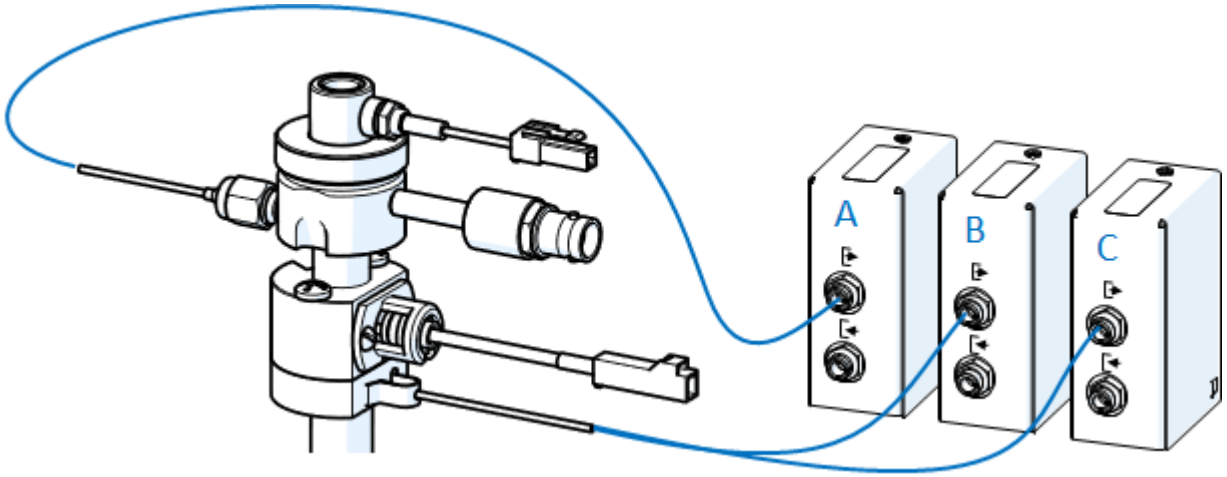


A – РРГ-10 воздух, B – РРГ-10 водород

Рисунок 3.28 – Подключение газов к ПИД при работе с насадочной колонкой

При работе с метанатором, поток водорода подается в тройник перед метанатором. Трубопровод подачи водорода ПИД при этом заглушается с помощью гайки 8.930.167, Муфты 8.658.052, шайбы 3 и заглушки 8.632.206 (из комплекта ЗИП).

При работе с капиллярной колонкой в поток водорода дополнительно подается, поддув газа-носителя.



A – РРГ-10 воздух, B – РРГ-10 водород, C – РРГ-10 поддув

Рисунок 3.29 – Подключение газов к ПИД при работе с капиллярной колонкой

Трубопровод поддува газа-носителя ∅1,6 мм подключается в линию водорода с помощью тройника 6.453.094.

Питание двух пламенных детекторов ПИД-ПИД обеспечивается аналогично. При этом каждый регулятор питает одновременно два детектора. Питание обеспечивается через делители потока 5.885.010 и 5.885.010-01. Более подробно описание делителей потока приведено в разделе 3.4.3 части 1 РЭ.

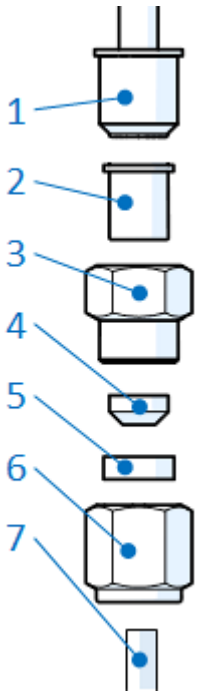
3.3.4 Подключение колонок к ПИД

Подключение насадочной колонки

Рекомендуется применение при температуре в термостате колонок менее 250 °С.

При подключении насадочных колонок установить переходную втулку 8.223.507 и штуцер 8.652.307. Усилие затяжки штуцера 8.652.307 "от руки" с последующим доворотом ключом на 10-15°.

Колонка насадочная вставляется в переходную втулку 8.223.507 до упора. Усилие затяжки гайки 8.930.172 "от руки".



1 – штуцер детектора, 2 – втулка 8.223-507, 3 – штуцер 8.652.307, 4 – муфта 8.220.380 (резина), 5 – втулка 8.223.013, 6 – гайка 8.930.172, 7 – насадочная колонка

Рисунок 3.30 – Подключение насадочной колонки с помощью резиновых муфт

Вместо муфты 8.220.380 и втулки 8.223.013 может применяться муфта 8.453.038 (с графитом)

Графитовые муфты могут использоваться до 450 °С в термостате колонок. Усилие затяжки штуцера 8.652.307 "от руки" с последующим доворотом ключом на 10-15°. Колонка насадочная вставляется в переходную втулку до упора. Усилие затяжки гайки 8.930.172 "от руки" с последующим доворотом ключом на 30-60°.

При уплотнении стеклянной колонки с помощью графитовых муфт следует соблюдать осторожность во избежание ее поломки.

Подключение капиллярной колонки

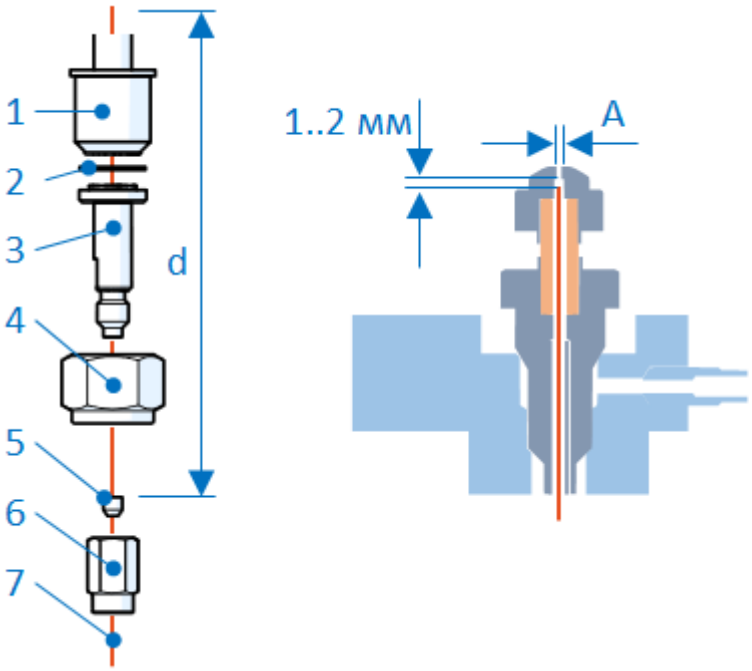
К штуцеру детектора в термостате подключить переходник 6.115.318 перед установкой капиллярной колонки. Конструкция переходника в сборе показана на рисунке ниже.

Поместить шайбу 2 (8.942.247) на упор 3 (6.278.008) и вставить в гайку 4 (8.930.268-01) как показано на рисунке. Присоединить эту сборку к штуцеру 1 детектора. Затянуть гайку 4 усилием "от руки", затем подтянуть ключом на 10-15°.

Надеть гайку 6 (8.930.339) и феррулу 5 (например, #072626 SGE, конусом вниз) на конец колонки.

Отрезать конец колонки (5-20 мм). Это позволит избежать попадания графита в колонку. Срез должен быть ровным, без сколов и трещин.

Срезанный конец колонки протереть кусочком безворсовой ткани, смоченной в этаноле, для удаления пыли и других загрязнений.



1 – штуцер детектора, 2 – шайба 8.942.247, 3 – упор 6.278.008, 4 – гайка 8.930.268-01, 5 – феррула, 6 – гайка 8.930.339, 7 – колонка капиллярная

d = 98 мм (для ПИД)

Рисунок 3.31 – Подключение капиллярной колонки

Расположить гайку 6 и феррулу 5 на требуемом расстоянии (d = 98 мм для ПИД) от конца колонки. Для удобства рекомендуется использовать шаблон 6.236.249 из комплекта ЗИП. Установить колонку в шаблон, закрутить гайку усилием "от руки". Выровнять кончик колонки по маркировке (5) шаблона. Затем удерживая колонку в том же положении, закрутить гайку ключами в штуцере шаблона на 60 – 90 градусов таким образом, чтобы колонка была плотно

зафиксирована феррулой. Использовать ключи размером 7 и 8 для уплотнения в калибре. Затем ослабить гайку.

Вставить колонку в детектор, закрутить гайку 6 усилием "от руки". Затем довернуть гайку 6 ключом на 45-60 градусов так, чтобы колонку нельзя было вытянуть из гайки (колонка зафиксирована феррулой).

При установке капиллярной колонки следует обращать внимание на то, что конец колонки должен находиться ниже уровня сопла горелки на 1-2 мм. Диаметр сопла горелки А может быть 0.4 мм, 0.5 мм или 0.6 мм.

Установка колонки может быть неправильной, если наружный диаметр колонки меньше диаметра сопла и уровень колонки в детекторе устанавливается "до упора". Детектор в этом случае обычно не поджигается.

При установке капиллярных колонок с алюминированной наружной поверхностью или колонок из металлической трубки следует обращать внимание на то, что такая колонка может вызвать замыкание поляризующего напряжения горелки на корпус хроматографа. В этом случае в стабилизаторе 200 В происходит ограничение выходного напряжения. Отсутствие поляризующего напряжения на горелке проявляется в падении чувствительности ПИД. При установке такой колонки способом "до упора и 1–2 мм назад" обязательно обеспечить перемещение колонки "назад".

3.3.5 Особенности применения ПИД

Основным условием работы ПИД является устойчивое горение пламени, которое обеспечивается конструкцией детектора и соотношением газа–носителя, водорода и воздуха. Рекомендуется выдерживать соотношение водорода и воздуха 1:10.

Таблица 3.3 – Рекомендуемые рабочие расходы газов

Тип газа	**Расход газа, мл/мин**			**Диапазон значений**
	Оптимальный при работе	**При поджиге**	**При поверке**	
Газ–носитель	30	10	30	10 – 50
Водород	20	35	25	20 – 40
Воздух	200	200	250	200 – 300

При горении пламени образуется вода. Не рекомендуется работа с детектором при его температуре ниже 150 °С.

Алгоритм поджига пламени ПИД:

- Измеряется выходной сигнал детекторов.
- Формируется заданный в конфигурации расход воздуха и водорода для каждого детектора данного канала.
- Нагреваются спирали поджига детекторов данного канала в течении 8 секунд.

- Отключаются спирали поджига.
- Контролируется наличие пламени по увеличению фона детектора.
- В случае успеха поджига формируются заданные в режиме расходы газов для детекторов.

Если приращение выходного сигнала детектора больше приращения порогового значения, задаваемого в меню, то поджиг выполнен успешно, если нет – производится повторная попытка поджига при расходе водорода большем на величину приращения водорода. Таким образом, хроматограф производит семь попыток поджига, по истечении которых при отсутствии пламени устанавливается этап "Нулевой" и выводится сообщение "Невозможно выполнить поджиг".

3.3.6 Техническое обслуживание ПИД

Устранение неисправностей автоматического поджига

Автоматический поджиг детектора осуществляется после прогрева детектора. Хроматограф переходит на этап "Поджиг", задаются значения расходов газов, соответствующие этому этапу, после чего подается напряжение на свечу поджига, происходит характерный хлопок, осуществляется поджиг пламени детектора. Если поджиг произошел успешно, то происходит приращение фонового сигнала детектора свыше 3-5 мВ. Если приращение фонового сигнала детектора не произошло, начинается следующая попытка поджига с более повышенным значением расхода водорода. Всего выполняется семь попыток поджига. Если все попытка были безуспешны, выдается сообщение об аварии. В этом случае необходимо еще раз передать режим хроматографу и визуально проконтролировать все стадии поджига детектора.

Таблица 3.4 – Неисправности автоматического поджига

Проявление неисправности	**Возможные причины неисправности**
Спираль свечи во время поджига не светится или светится очень слабо.	Неисправность цепи питания свечи или неисправность свечи. Сопротивление исправной свечи поджига составляет 0,2-0,3 Ом. При превышении сопротивления заменить свечу.
Спираль свечи во время поджига светится ярко красным светом, но хлопок не слышится, пламя в детекторе отсутствует*.	Неисправность в газовом питании детектора. Следует проверить наличие потоков газов, герметичность подсоединения всех газовых трубопроводов, подсоединение колонки в термостате.
Поджиг происходит (слышен хлопок) – фиксируется пламя по зеркалу*, нет приращения пламени.	Обрыв кабеля усилителя ПИД, не подсоединен или несправен усилитель. Проверить подсоединение усилителя.
Нестабильный поджиг. Поджиг пламени происходит (слышен хлопок), приращение сигнала фиксируется, но при возвращении газов в рабочий режим пламя исчезает.	Несколько причин: Недостаточно хорошо отдуты линии водорода (например, после обслуживания генератора водорода).

	Некорректное подсоединение газовых линий детектора. Влажный водород. Прокалить сорбент, заменить фильтры. Повреждена, загрязнена или неправильно установлена горелка. Проверить и заменить горелку. Неправильно подобраны режимы газов (водород, воздух, поддув, поток через колонку). Скорректировать режимы газов.

*Наличие пламени можно обнаружить при поднесении к верхней части ПИД гладкой поверхности какого-либо предмета (например, зеркала), если на поверхности предмета конденсируются пары воды – пламя есть, если поверхность остается чистой – пламени нет.

Замена свечи поджига:

- отсоединить разъем свечи поджига;
- вывернуть свечу поджига
- заменить свечу поджига на исправную.

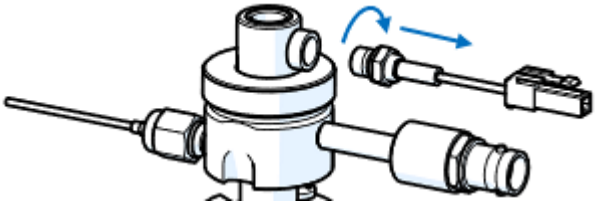


Рисунок 3.32 – Замена свечи поджига

Очистка коллекторного электрода

На коллекторе детектора возможно осаждение в виде белого налета окиси кремния – продукта сгорания неподвижной фазы колонки, а также продуктов сгорания пробы в виде черного налета. При этом может наблюдаться некоторое снижение чувствительности, повышение фона и возрастание шумов выходного сигнала детектора.

Действия:

- Отсоединить свечу поджига. Открутить против часовой стрелки латунную гайку детектора. Снять верхнюю часть детектора.
- Отсоединить усилитель. Открутить контакт с разъемом для подключения усилителя ПИД против часовой стрелки и извлечь его.
- Извлечь коллекторный электрод 7.660.041 вместе с контактной шайбой 8.940.020.

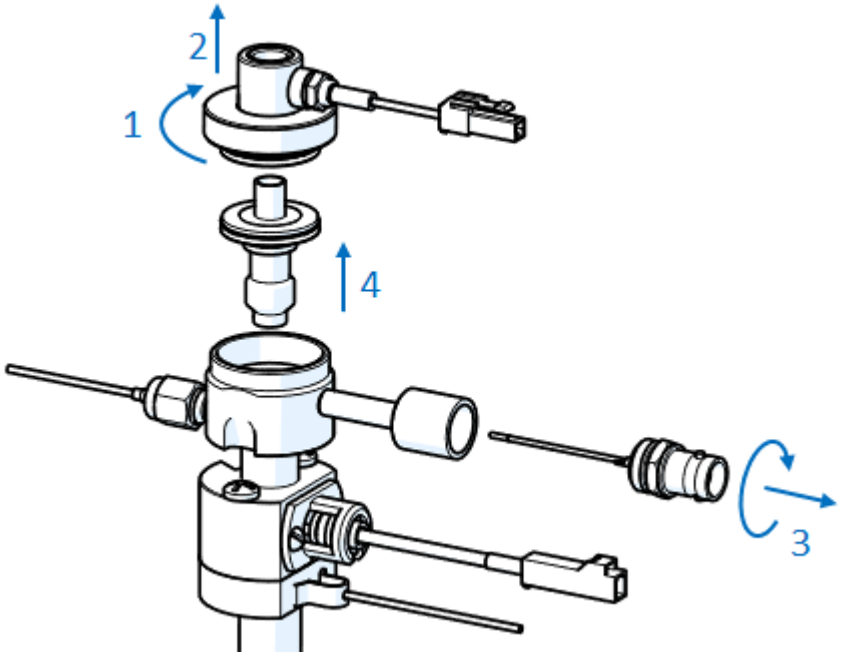


Рисунок 3.33 – Извлечение коллекторного электрода

- Разжав концы пинцета внутри нижнего изолятора извлечь его из детектора.
- Выкрутить из верхней части детектора свечу поджига пламени ПИД (Рисунок 3.33).
- Извлечь из верхней части детектора верхний изолятор.

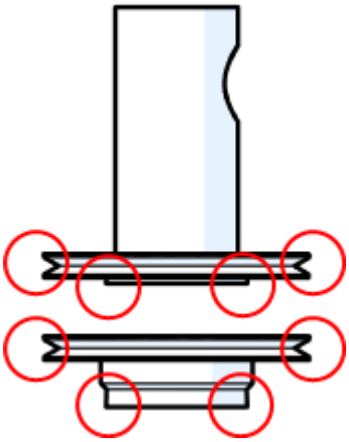
Коллекторный электрод, центрирующий электрод и оба изолятора нужно промыть в ацетоне или спирте. Лучшая промывка достигается в ультразвуковой ванне с растворителем.

После промывки детали протереть чистой безворсовой тканью и просушить при температуре 150 – 200°Св течение 15 минут.

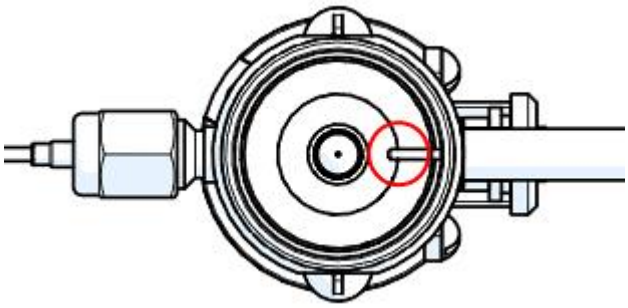
Детектор собирается в обратной последовательности. Промытые детали рекомендуется брать только пинцетом.

Особенности сборки детектора:

При сборке на верхнем и нижнем изоляторе особо тщательно следует осмотреть места, выделенные на рисунке. На них не должно быть грязи и посторонних частиц. В противном случае шумы детектора будут значительно больше нормы.



После установки контакта с разъемом для подключения усилителя ПИД убедитесь, что кончик контакта, ложась на коллекторный электрод, не задевает корпуса детектора, выходит в центре канала и ложиться на выступ коллекторного электрода примерно на 1 мм.



Для предотвращения замыкания кончика контакта на корпус при завинчивании латунной гайки – верхнюю часть детектора следует придерживать от поворота рукой за свечу поджига.

После сборки детектор рекомендуется прогреть при температуре 350-380 °С в течение 1-1,5 часов.

Очистка горелки

В некоторых случаях возможно загрязнение горелки продуктами пробы.

При очистке горелки следует проявлять осторожность, чтобы не повредить внутреннюю поверхность сопла. Заусенцы в сопле горелки могут привести к увеличению шумов.

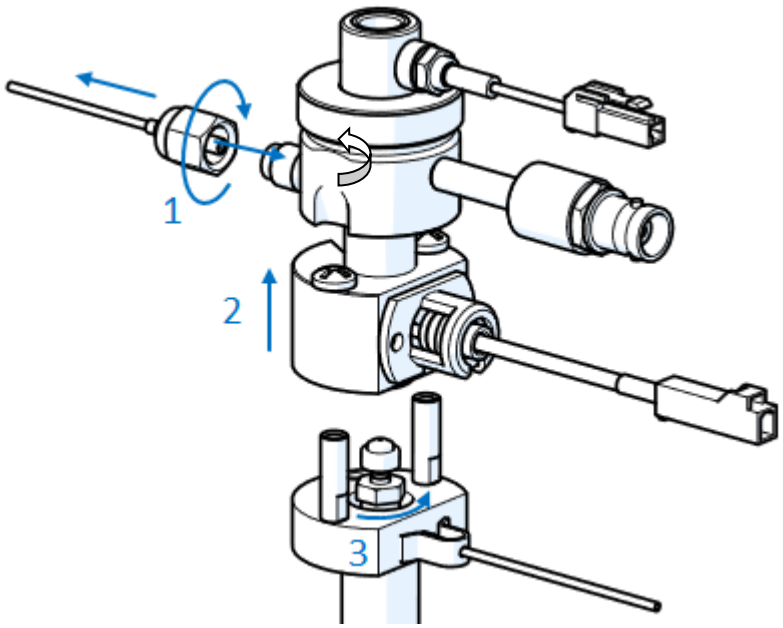
Горелка детектора ПИД является чрезвычайно хрупким узлом. При ударе или даже небольшом приложении усилия к верхней части горелки керамический изолятор может обломиться.

Горелку за верхнюю часть не брать!

Демонтаж и монтаж горелки производить только с помощью накидного ключа.

Действия:

- Отсоединить разъемы свечи поджига, усилителя ПИД и цепи "+200 В".
- Ослабить 4 винта крепления двух кожухов детектора ПИД. Сдвинуть кожухи в противоположных направлениях и снять их.
- Открутить гайку и отсоединить трубопровод подвода воздуха к детектору.
- Открутить два винта крепления верхней части детектора. Снять легкими покачиваниями верхнюю часть детектора.
- Проявляя максимальную осторожность, чтобы не сломать керамический изолятор, демонтировать горелку при помощи **накидного ключа на 8 мм**. Для избегания срыва ключа с шестигранника горелки, прижимайте нижнюю часть ключа пальцем.



- При наличии в сопле горелке отложений необходимо проявляя осторожность прочистить её чистой, без лакового покрытия, стальной проволокой диаметром 0.3 мм. После очистки горелку необходимо продуть газом носителем или сжатым воздухом.

Рекомендуется также очистка горелки в ацетоне в ультразвуковой ванне.



После промывки детали рекомендуется брать только пинцетом.

Собрать детектор в обратной последовательности. Горелку вворачивают без усилий до упора, затем затягивают ключом на 45 градусов.

3.4 Термоионный детектор (ТИД)

3.4.1 Принцип действия ТИД

Работа ТИД основана на том, что при внесении в водородное пламя пламенно–ионизационного детектора паров соли щелочного металла степень ионизации фосфор– и азотсодержащих соединений повышается.

Источником паров щелочного металла является втулка из прессованной соли бромид цезия (CsBr), расположенная вокруг горелки. Во время горения пламени втулка медленно испаряется, и пары соли попадают в пламя. Анализируемое вещество, поступая в пламя водородной горелки, разлагается и продукты разложения ионизируются по механизмам специфических реакций с участием паров бромида цезия. Получившиеся в результате этих реакций ионы под действием приложенного к электродам детектора напряжения двигаются к коллекторному электроду, собираются им и образуют полезный сигнал детектора.

Детектор предназначен для селективного определения фосфор– и азотсодержащих органических соединений. По сравнению с ПИД, чувствительность ТИД для азотсодержащих соединений выше в 50-100 раз, для фосфорсодержащих соединений – в 500-1000 раз и более.

Чувствительность и селективность ТИД к различным фосфор– и азотсодержащим соединениям обуславливается потенциалом ионизации гетероатомных продуктов разложения при сгорании этих соединений (Таблица 3.5).

Для стандартных веществ и условий тестирования линейный диапазон ТИД составляет свыше 10^4 для азотсодержащих и для фосфорсодержащих соединений. Селективность ТИД не хуже 25000/1 для отношения азота к углероду и не хуже 200000/1 для отношения фосфора к углероду по массе.

Таблица 3.5 – Потенциалы ионизации некоторых гетероатомных соединений

Соединения азота	**Потенциал ионизации, эВ**	**Соединения фосфора**	**Потенциал ионизации, эВ**
N2	6,8 / 23,5	P	10,9
NO	9,5	PH3	9,9
NO2	11	PO	0,4
NH3	11,5	PCl3	3,2
N2O	12,9	PH4Cl	1,6
(C6H5)3N	6,8	NP	0,9
		(C6H5)3P	7,4

Чем меньше потенциал ионизации гетероатомных продуктов разложения, тем больший сигнал следует ожидать от введения в детектор этого соединения.

На величину сигнала ТИД влияет также и то, в состав какого соединения входит гетероатом. Поэтому в некоторых случаях, при малой доле атомов азота или фосфора в анализируемом

углеводородном соединении, например, при анализе некоторых азотсодержащих алкил– и арилпроизводных, интенсивность сигнала ПИД может быть выше, чем сигнала ТИД.

3.4.2 Конструкция и установка ТИД



В ТИД используется ионизирующее напряжение 200 В. Запрещается обслуживание детектора при включенном хроматографе и снятом кожухе детектора.



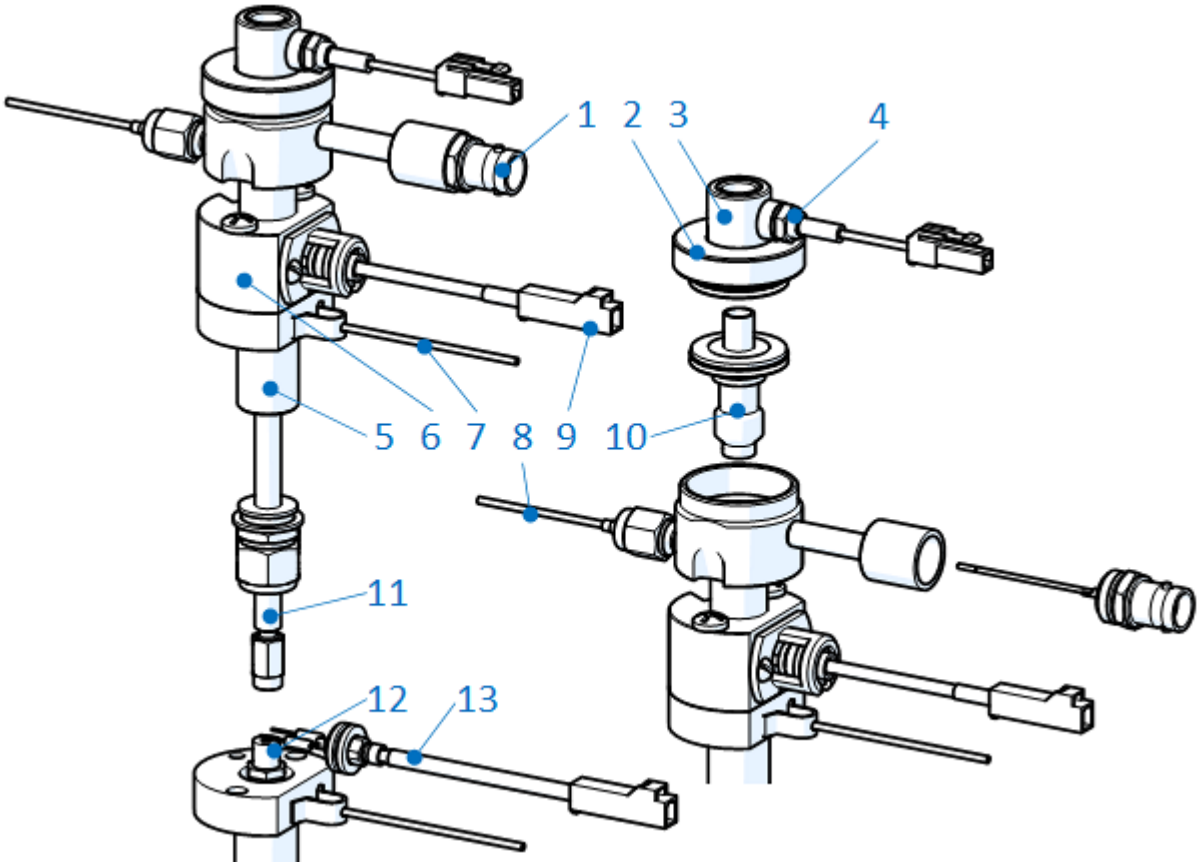
В ТИД используется водород для горения пламени. Смесь водорода и воздуха является взрывоопасной. При незаглушенном входном штуцере детектора или не присоединенной колонке водород будет накапливаться в термостате колонок, что может привести к взрыву.



Прикосновение к нагретым частям детектора может приводить к ожогам.

Детектор (Рисунок 3.34) конструктивно аналогичен детектору ПИД, но отличается от него наличием источника паров соли, представляющего собой втулку 12 из прессованного бромида цезия (CsBr), навинченную на горелку. К контакту 13 подключается поляризующее напряжение 200 В, под действием которого ионы двигаются к коллекторному электроду 10, образуя сигнал детектора. Через контакт 1 сигнал передается в усилитель.

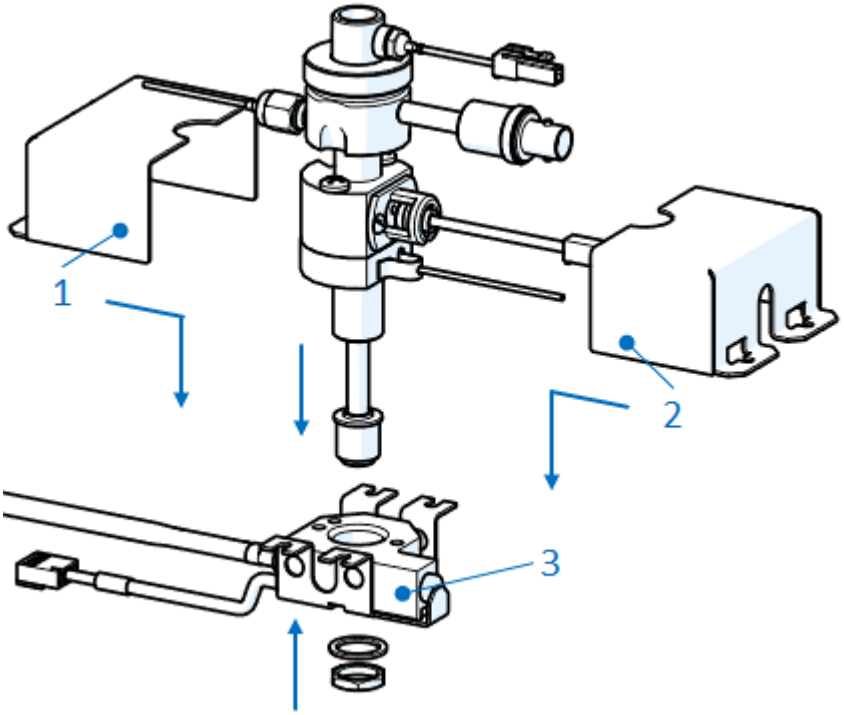
Конструкция детектора ТИД позволяет извлекать коллекторный электрод для чистки без применения инструмента. Время извлечение коллекторный электрода не более 1 минуты.



1 – контакт 6.622.051 (к усилителю), 2 – гайка 8.936.075, 3 – крышка 8.054.257 с верхним изолятором (внутри), 4 – свеча поджига (кабель 6.644.182), 5 – корпус 6.113.220 (нижний), 6 – корпус 6.113.161 (верхний, 7 – трубопровод водорода, 8 – трубопровод воздуха, 9 – контакт 6.622.046 (+200В), 10 – коллекторный электрод 7.660.041 с нижним изолятором, 11 – переходник 6.115.318 (на капиллярную колонку), 12 – солевая таблетка на горелке, 13 - контакт 6.622.049 (+200В).

Рисунок 3.34 – Конструкция ТИД 2.840.045.01.04

Детектор устанавливается в стандартное посадочное место (Рисунок 3.35). Входной штуцер детектора проходит через отверстие в нагревателе и подтягивается в термостате колонок гайкой. Штифт в нижней части корпуса детектора входит в центрирующее отверстие в нагревателе. Нижняя часть детектора закрывается кожухами 1 и 2.



1, 2 – кожухи, 3 – нагреватель

Рисунок 3.35 – Установка ТИД

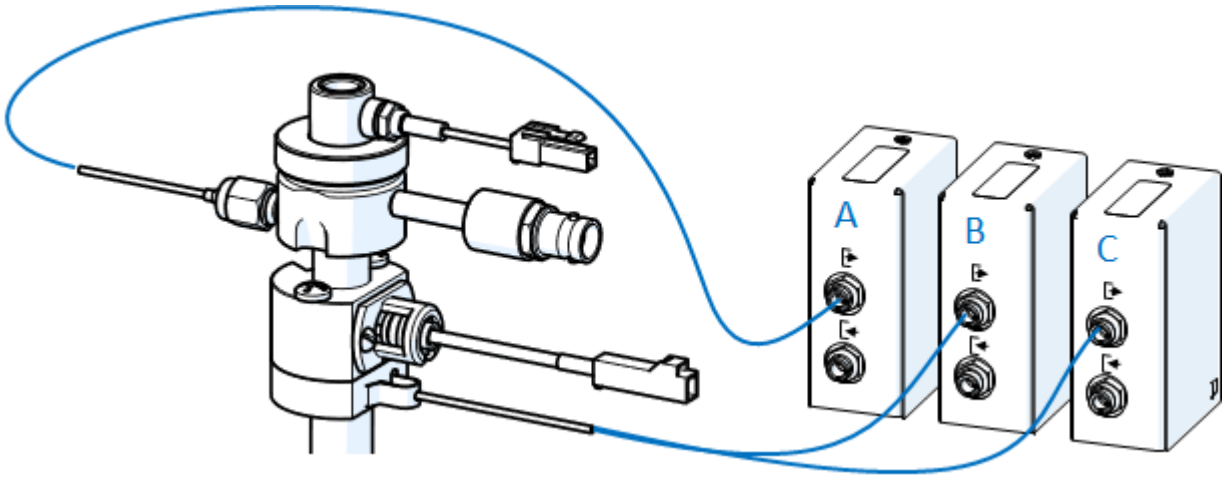
В правый отсек хроматографа устанавливается и подключается плата стабилизатора 200 В, которая формирует поляризующее напряжение. При установке двух детекторов (ПИД-ТИД) поляризующее напряжение на горелки подается с одной платы.

Усилитель расположен в правом отсеке. Кабель от усилителя подключается к соответствующему разъему детектора.

Свеча поджига с помощью кабеля подключается к модулю поджига, который расположен на плате силового модуля.

3.4.3 Подключение газов к ТИД

Питание газами детектора ТИД при работе с капиллярной и насадочной колонкой. В качестве поддува используется азот.



A – РРГ-10 воздух, B – РРГ-10 водород, C – РРГ-10 поддув

Рисунок 3.36 – Подключение газов к ТИД при работе с капиллярной колонкой

Трубопровод поддува газа-носителя ∅1,6 мм подключается в линию водорода с помощью тройника 6.453.094.

При работе с насадочной колонкой поддув инертного газа задается равным нулю.

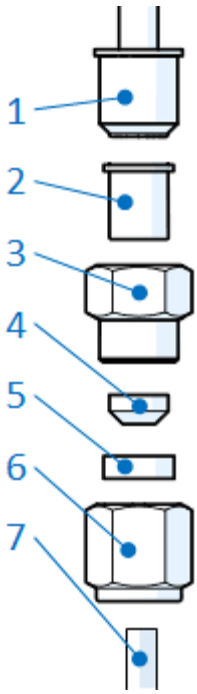
3.4.4 Подключение колонок к ТИД

Подключение насадочной колонки

Рекомендуется применение при температуре в термостате колонок менее 250 °С.

При подключении насадочных колонок установить переходную втулку 8.223.507 и штуцер 8.652.307. Усилие затяжки штуцера 8.652.307 "от руки" с последующим доворотом ключом на 10-15°.

Колонка насадочная вставляется в переходную втулку 8.223.507 до упора. Усилие затяжки гайки 8.930.172 "от руки".



1 – штуцер детектора, 2 – втулка 8.223-507, 3 – штуцер 8.652.307, 4 – муфта 8.220.380 (резина), 5 – втулка 8.223.013, 6 – гайка 8.930.172, 7 – насадочная колонка

Рисунок 3.37 – Подключение насадочной колонки с помощью резиновых муфт

Вместо муфты 8.220.380 и втулки 8.223.013 может применяться муфта 8.453.038 (с графитом)

Графитовые муфты могут использоваться до 450 °С в термостате колонок. Усилие затяжки штуцера 8.652.307 "от руки" с последующим доворотом ключом на 10-15°. Колонка насадочная вставляется в переходную втулку до упора. Усилие затяжки гайки 8.930.172 "от руки" с последующим доворотом ключом на 30-60°.

При уплотнении стеклянной колонки с помощью графитовых муфт следует соблюдать осторожность во избежание ее поломки.

Подключение капиллярной колонки

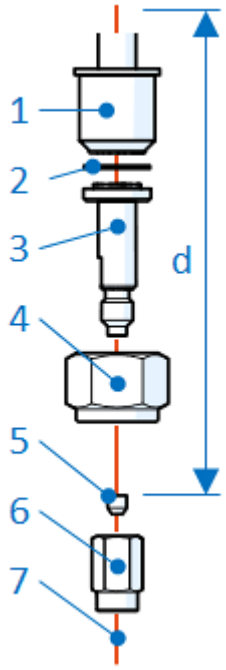
К штуцеру детектора в термостате подключить переходник 6.115.318 перед установкой капиллярной колонки. Конструкция переходника в сборе показана на рисунке ниже.

Поместить шайбу 2 (8.942.247) на упор 3 (6.278.008) и вставить в гайку 4 (8.930.268-01) как показано на рисунке. Присоединить эту сборку к штуцеру 1 детектора. Затянуть гайку 4 усилием "от руки", затем подтянуть ключом на 10-15°.

Надеть гайку 6 (8.930.339) и феррулу 5 (например, #072626 SGE, конусом вниз) на конец колонки.

Отрезать конец колонки (5–20 мм). Это позволит избежать попадания графита в колонку. Срез должен быть ровным, без сколов и трещин.

Срезанный конец колонки протереть кусочком безворсовой ткани, смоченной в этаноле, для удаления пыли и других загрязнений.



1 – штуцер детектора, 2 – шайба 8.942.247, 3 – упор 6.278.008, 4 – гайка 8.930.268-01, 5 – феррула, 6 – гайка 8.930.339, 7 – колонка капиллярная

d = 88 мм (для ТИД)

Рисунок 3.38 – Подключение капиллярной колонки

Расположить гайку 6 и феррулу 5 на требуемом расстоянии (d = 88 мм для ТИД) от конца колонки. Для удобства рекомендуется использовать шаблон 6.236.249 из комплекта ЗИП. Установить колонку в шаблон, закрутить гайку усилием "от руки". Выровнять кончик колонки по маркировке (4) шаблона. Затем удерживая колонку в том же положении, закрутить гайку ключами в штуцере шаблона на 60 – 90 градусов таким образом, чтобы колонка была плотно зафиксирована феррулой. Использовать ключи размером 7 и 8 для уплотнения в калибре. Затем ослабить гайку.

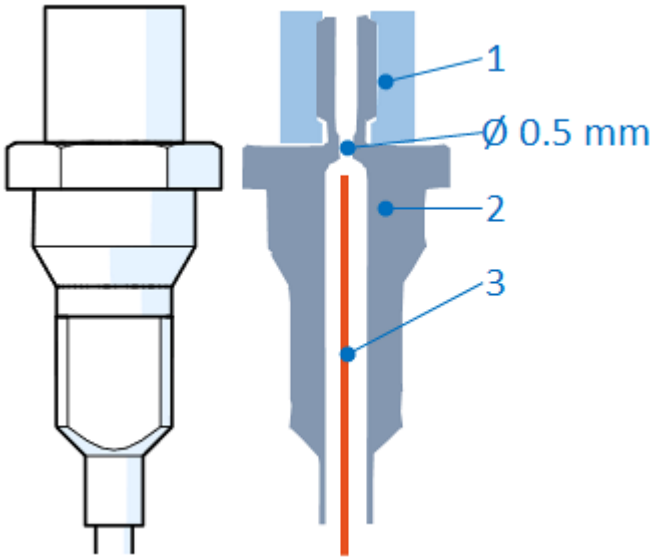
Вставить колонку в детектор, закрутить гайку 6 усилием "от руки". Затем довернуть гайку 6 ключом на 45-60 градусов так, чтобы колонку нельзя было вытянуть из гайки (колонка зафиксирована феррулой).

При установке капиллярной колонки следует обращать внимание на то, что конец колонки должен находиться ниже уровня сопла горелки на 1-2 мм. Диаметр сопла горелки А может быть 0.4 мм, 0.5 мм или 0.6 мм.

Установка колонки может быть неправильной, если наружный диаметр колонки меньше диаметра сопла и уровень колонки в детекторе устанавливается "до упора". Детектор в этом случае обычно не поджигается.

При установке капиллярной колонки следует обращать внимание на то, что конец колонки должен находиться ниже сужения горелки ТИД на 1-2 мм. Диаметр сужения горелки ТИД 0.5 мм. Поэтому при установке капиллярных колонок меньшим наружным диаметром (с внутренним диаметром 0.32 мм и меньше) необходимо помнить, что такая колонка при

установке способом "до упора" может пройти сквозь сужение. Такая установка колонки будет неправильной.



1 – втулка CsBr, 2 – горелка ТИД, 3 – капиллярная колонка

Рисунок 3.39 – Особенности установки капиллярной колонки

3.4.5 Особенности применения ТИД

Чувствительность детектора зависит главным образом от концентрации паров соли в пламени. Концентрация паров соли определяется режимами работы детектора, в основном температурой детектора и расходом водорода. Чем выше температура детектора или больше расход водорода, тем выше чувствительность детектора, и наоборот.

Концентрация паров соли зависит также от состояния источника паров. Со временем изменяются геометрические размеры солевого источника, количество паров в пламени уменьшается, следовательно, уменьшается и чувствительность.

Таблица 3.6 – Рекомендуемые рабочие расходы газов

Тип газа	**Расход газа, мл/мин**			**Диапазон значений**
	Оптимальный при работе	**При поджиге**	**При поверке**	
Газ-носитель	30	10	20	10 – 50
Водород	12–14	30	12–14	12 – 18
Воздух	200	200	130	200 – 300

Рекомендуемое значение фонового сигнала детектора – от 25 до 100 мВ, при котором достигается максимальное соотношение сигнал/шум. Уровень фонового сигнала детектора зависит от расхода водорода, температуры детектора, состояния солевого источника. Для установки желаемого уровня фонового сигнала рекомендуется тщательно подбирать расход водорода. Даже незначительное изменение расхода водорода (0,1 мл/мин) может

приводить к существенному изменению фонового сигнала. Невозможность получения требуемого уровня фонового сигнала даже при максимальном расходе водорода свидетельствует о необходимости замены солевого источника.

Рекомендуемая рабочая температура детектора – не менее 250 °С.

Значения температуры детектора и расхода водорода влияет на селективность и чувствительность определения анализируемых азот– и фосфорсодержащих органических соединений.

Для получения большей чувствительности при анализе азотсодержащих соединений предпочтительно использовать высокую температуру детектора (330-350 °С) в сочетании с небольшим расходом водорода.

При анализе фосфорсодержащих соединений предпочтительна низкая температура детектора (250-270 °С) с несколько большим значением расхода водорода.

Алгоритм поджига пламени ТИД:

- Измеряется выходной сигнал детекторов.
- Формируется заданный в конфигурации расход воздуха и водорода для каждого детектора данного канала.
- Нагреваются спирали поджига детекторов данного канала в течении 8 секунд.
- Отключаются спирали поджига.
- Контролируется наличие пламени по увеличению фона детектора.
- В случае успеха поджига формируются заданные в режиме расходы газов для детекторов.

Если приращение выходного сигнала детектора больше приращения порогового значения, задаваемого в меню, то поджиг осуществлен, если нет – производится повторная попытка поджига при расходе водорода большем на величину приращения водорода. Таким образом хроматограф производит семь попыток поджига, по истечении которых при отсутствии пламени устанавливается этап "Нулевой" и выводится сообщение "Невозможно выполнить поджиг".

3.4.6 Техническое обслуживание ТИД

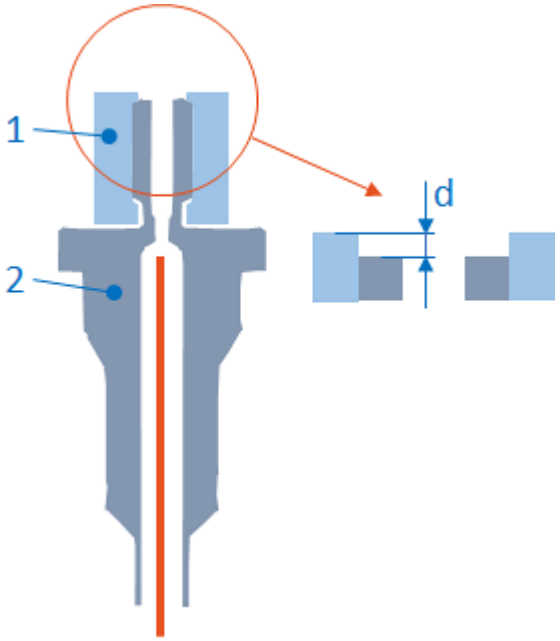
Операции по устранению неисправностей автоматического поджига, очистке коллектора соответствуют аналогичным операциям для детектора ПИД (см. раздел 3.3.6).

Специфичными для детектора ТИД причинами нестабильного поджига могут являться:

- Неправильно установлен или изношен солевой источник,
- Слишком низкий расход водорода.

Восстановление источника паров соли

Детектор ТИД конструктивно аналогичен детектору ПИД, но отличается от него наличием источника паров соли, представляющего собой втулку из бромида цезия, навинченную на горелку (Рисунок 3.40).



1 – солевая втулка (CsBr) 8.223.040, 2 – горелка 5.877.010 (5.877.032 с 2017 г.), d = 0.4±0.1мм

Рисунок 3.40 – Горелка ТИД с солевым наконечником

Срок службы источника паров соли зависит от режимов горения пламени. Большие расходы водорода приводят к сокращению срока службы источника.

Если после продолжительной работы детектора уровень фонового сигнала значительно упал и увеличение расхода водорода до максимально возможного значения (см. Таблица 3.6) не приводит к установлению требуемого уровня фонового сигнала, то причиной этого может быть изменение геометрических размеров источника паров соли. Это выражается в том, что рабочая поверхность солевой втулки становится ниже среза горелки. В этом случае, для восстановления прежнего уровня фонового сигнала, может потребоваться небольшое откручивание солевой втулки от горелки, с целью поднятия рабочей поверхности втулки относительно среза горелки (временная мера), либо полная замена солевого источника.

Действия для извлечения и установки горелки ТИД с солевой втулкой аналогичны процедуре замены горелки ПИД.

Солевая втулка хрупкая, легко ломается, поэтому снятие и установку солевой втулки следует проводить с осторожностью, чтобы не повредить ее, и чтобы кусочки втулки не попали внутрь горелки.

В первые часы работы с новой втулкой происходит интенсивное испарение с поверхности втулки, поэтому будет наблюдаться большой дрейф фонового сигнала. В течение этого времени поверхность втулки слегка оплавится водородным пламенем. Затем процесс испарения (соответственно и дрейф фонового сигнала), стабилизируются.

В первое время работы с новым источником паров рекомендуется минимально возможный расход водорода – ориентировочно 10 мл/мин.

Действия:

- извлечь горелку аналогично горелке детектора ПИД;
- удалить использованную солевую втулку;
- промыть горелку в ацетоне (желательно в ультразвуковой ванне);
- установить новую солевую втулку (см. указания ниже);
- после промывки детали рекомендуется брать только пинцетом;
- сборка детектора в обратной последовательности;
- ввернуть горелку без усилия до упора, затем затянуть ключом на 45°.

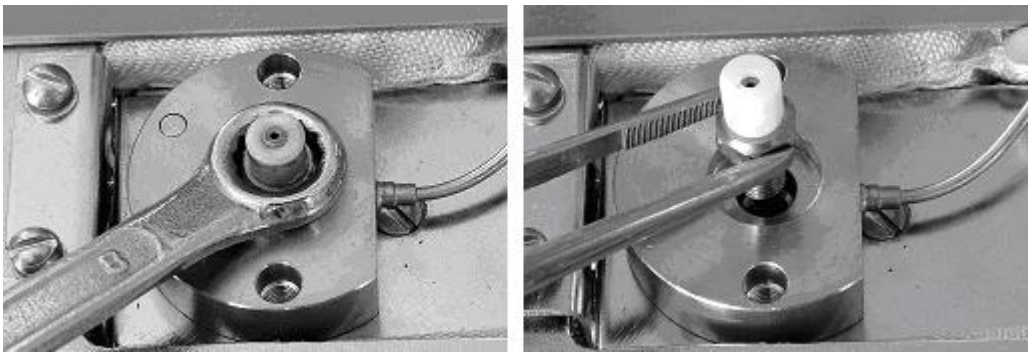


Рисунок 3.41 – Замена солевой таблетки

Установка новой солевой втулки:

- осмотреть новую втулку. Рабочая поверхность со стороны отверстия меньшего диаметра должна быть гладкой, плоской без выбоин и возвышенностей. Втулка должна быть твердой, без трещин и сколов;
- длина втулки должна быть (5.7±0,1) мм. Если длина втулки больше, то необходимо сточить поверхность втулки со стороны отверстия большего диаметра с помощью мелкой наждачной бумаги. В процессе обработки следует контролировать перпендикулярность стачиваемой поверхности к оси втулки, избегать сколов;
- навинтить втулку на горелку рабочей поверхностью наружу. Необходимо избегать попадания крошек соли внутрь горелки, для чего во время или после выполнения этой процедуры горелку продуть сжатым воздухом;
- осмотреть положение втулки на горелке. Расстояние между торцом горелки и рабочей поверхностью втулки должно быть ориентировочно (0.2±0.1) мм.

При первом включении детектора с новой солевой втулкой рекомендуется произвести отжиг колонки, который происходит в автоматическом режиме и реализован в ПО Хроматэк Аналитик, раздел 7.5 – Сервисные операции. Отжиг таблетки ТИД.



1 – рабочая поверхность, 2 – поверхность, подлежащая стачиванию

Рисунок 3.42 – Солевая таблетка

3.5 Пламенно–фотометрический детектор (ПФД)

3.5.1 Принцип действия ПФД

Работа детектора основана на возбуждении молекул анализируемых соединений в обогащенном водородом пламени и регистрации фотонов определенной длины волны при переходе молекул в основное состояние.

Детектор является селективным к серосодержащим соединениям (394 нм) и фосфорсодержащим соединениям (526 нм).

Процессы, происходящие в детекторе, можно разделить на четыре стадии.

Для серосодержащих соединений:

- на первой стадии в горячей области водородного пламени происходит разложение исходных серосодержащих соединений с образованием атомов серы или сероводорода;
- на второй – осуществляются различные обратимые реакции в верхней части пламени с образованием соединения S_2;
- на третьей – происходит возбуждение молекул серы;
- на четвертой – возбужденные молекулы серы возвращаются в холодном внешнем конусе пламени в основное состояние, излучая свет в широком диапазоне длин волн (300–450) нм.

Для фосфорсодержащих соединений процессы аналогичны. Излучение света в узком диапазоне волн с максимумом интенсивности 526 нм.

Для стандартных веществ и условий тестирования линейный диапазон ПФД составляет свыше 10^3 для серосодержащих соединений и свыше 10^4 для фосфорсодержащих соединений. Селективность ПФД не хуже $10^6/1$ для отношения серы (или фосфора) к углероду по массе.

3.5.2 Конструкция и установка ПФД

Конструкция детектора (Рисунок 3.43) позволяет использовать ПФД в однопламенном и двухпламенном режимах. Подробно данные режимы описаны в разделе 3.5.5.

Во избежание выхода из строя ФЭУ, детектор разбирать только при выключенном хроматографе.



В ПФД используется напряжение 800 В для питания ФЭУ. Необходимо соблюдать меры предосторожности при установке детектора.



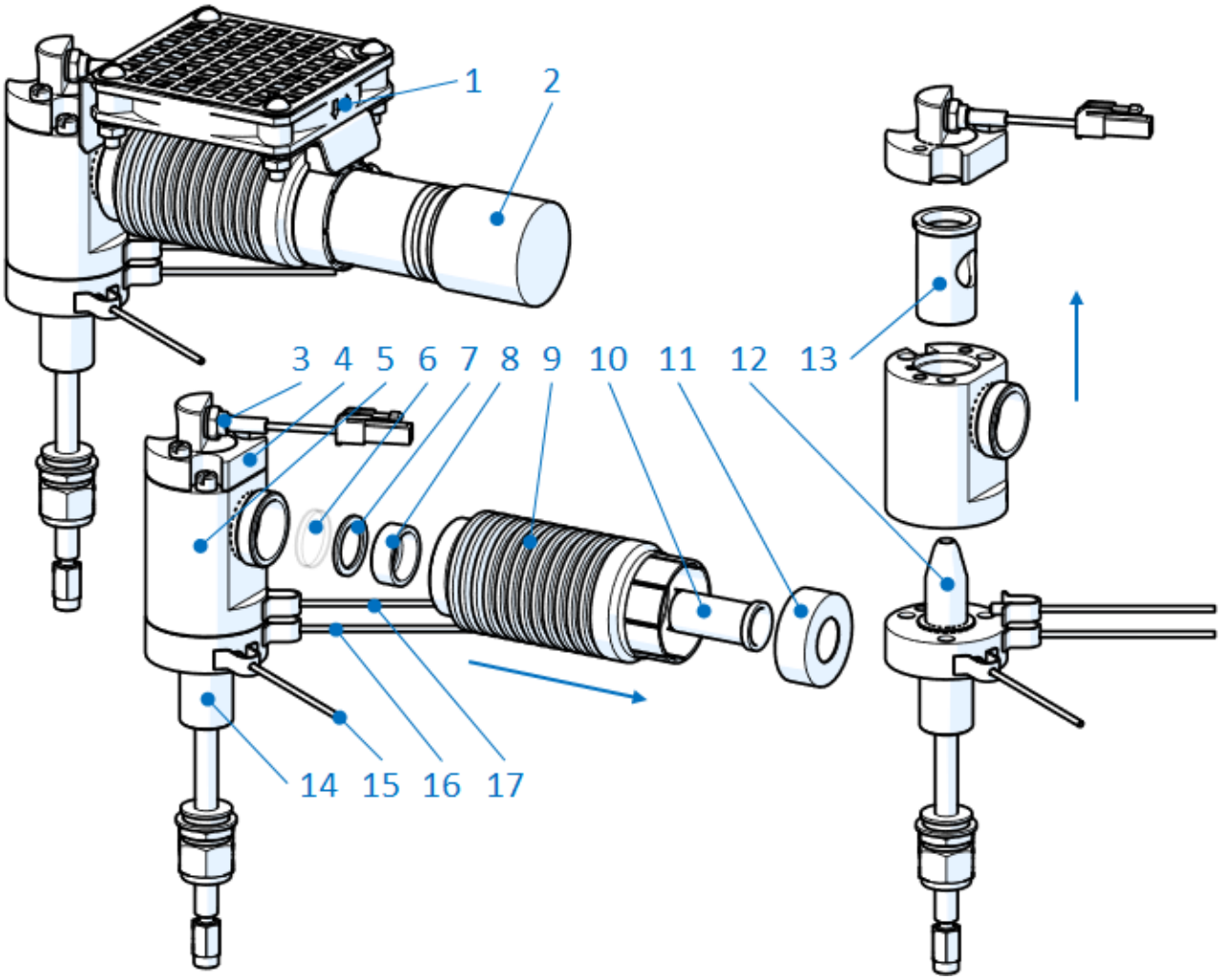
В ПФД используется водород для горения пламени. При подаче водорода следует обращать внимание на возможность утечки водорода в термостат колонок при не заглушенном входном штуцере детектора или не присоединенной колонке.

В процессе работы ПФД пламя частично горит вне детектора, на выхлопе рабочей камеры (Рисунок 3.43, выноска 4). Невооруженным глазом оно невидимо. Данная конструктивная особенность не является неисправностью.

При работе с ПФД необходимо соблюдать меры противопожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004, а также меры, предусмотренные в специальных инструкциях, разрабатываемых потребителем на основании ГОСТ 12.1.007.



При высоких температурах детектора (свыше 300 °С) следует обращать внимание на то, что верхняя часть детектора может быть нагрета до температуры, которая может привести к ожогу.



1 – вентилятор 5.883.001, 2 – ФЭУ (датчик 5.132.092-01), 3 – свеча поджига (кабель 6.644.182), 4 – крышка (корпус 6.113.090), 5 – корпус верхний 6.113.088, 6 – диск 8.260.084, 7 – шайба 8.942.092, 8 – втулка, 9 – радиатор, 10 – световод, 11 – светофильтр, 12 – горелка верхняя 7.064.002, 13 – камера 7.015.003, 14 – корпус нижний 6.113.029, 15 – трубопровод нижний, 16 – трубопровод средний, 17 – трубопровод верхний

Рисунок 3.43 – Конструкция ПФД 214.2.840.044-01.07

Рабочая камера ПФД поставляется в двух исполнениях – изготовленная из нержавеющей стали (7.015.003) и алюминия (7.015.003-01).

Светофильтр ПФД имеет 2 исполнения:

- Фильтр 5.886.100-01 – для анализа серосодержащих соединений (фиолетовый, черный) с длиной волны 394 нм.
- Фильтр 5.886.100 – Для фосфорсодержащих соединений (желтый) с длиной волны 526 нм.

Светофильтр 5.886.100-01 установлен в детекторе. Фильтр 5.886.100 поставляется в комплектации детектора ПФД (P, S).

Светофильтр может быть установлен в ПФД любой стороной по отношению к рабочей камере.

По специальному заказу в хроматограф может быть установлено специальное исполнение детектора ПФД – детектор ПФД с ПИ-датчиком (Рисунок 3.44).

Детектор ПФД с ПИ-датчиком представляет собой детектор ПФД, снабженный коллекторным электродом, аналогичном используемому в детекторе ПИД. Данный коллекторный электрод позволяет проводить анализ органических соединений по каналу ПИД одновременно с анализом фосфор– и серосодержащих соединений по каналу ПФД.

При использовании детектора ПФД с ПИ-датчиком в качестве усилителя ПИД используется усилитель 5.173.029-03.

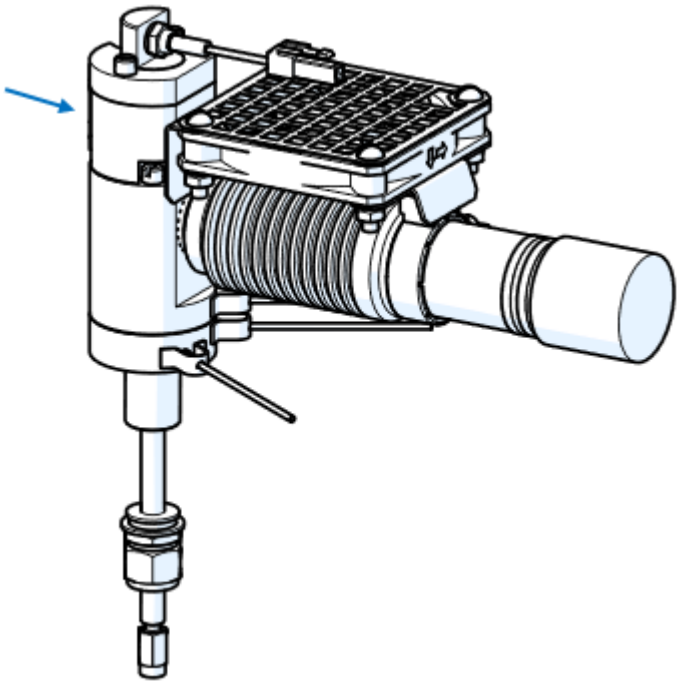
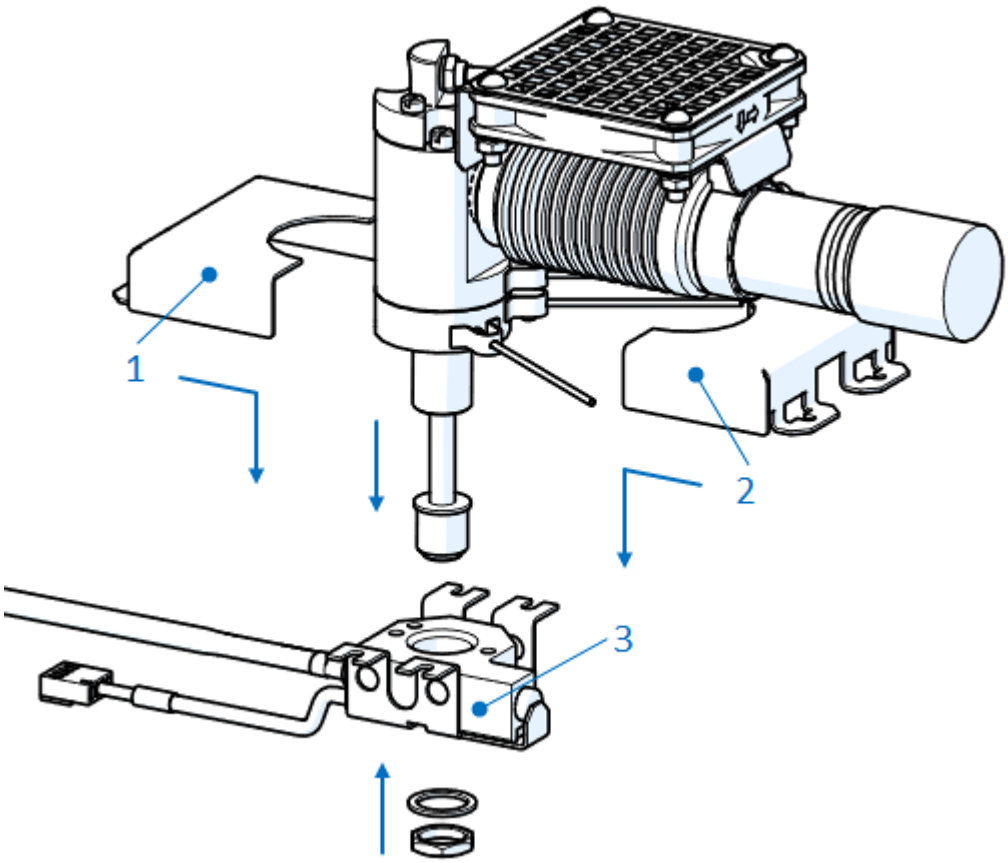


Рисунок 3.44 – Конструкция детектора ПФД с ПИ-датчиком 214.2.840.044-01.08

Детектор устанавливается в стандартное посадочное место (Рисунок 3.45). Штифт в нижней части корпуса детектора входит в центрирующее отверстие в нагревателе.

Входной штуцер детектора проходит через отверстие в нагревателе и подтягивается в термостате колонок гайкой (гайка 8.930.137-03, на рисунке не показана). Нижняя часть детектора закрывается кожухами 1 и 2.

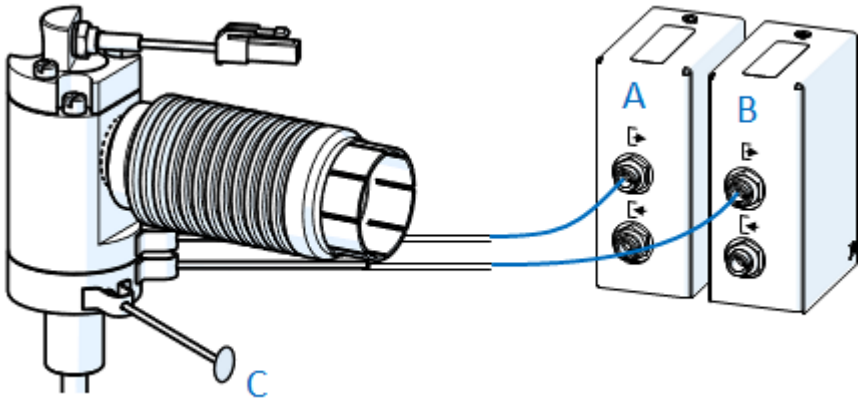


1, 2 – кожухи, 3 – нагреватель

Рисунок 3.45 – Установка ПФД

В правый отсек хроматографа (см. часть 1 РЭ) устанавливается и подключается плата стабилизатора 800 В, предназначенная для питания ФЭУ.

3.5.3 Подключение газов к ПФД



A – РРГ-10, водород, к верхнему трубопроводу, B – РРГ-10, воздух, к среднему трубопроводу, C – нижний трубопровод заглушен

Рисунок 3.46 – Подключение газов к ПФД в однопламенном режиме

Маркировка трубопроводов "Верхний", "Средний", "Нижний" соответствует их положению в корпусе ПФД по вертикали.

В однопламенном режиме в верхний трубопровод подается водород, в средний – воздух, нижний трубопровод необходимо заглушить.

В двухпламенном режиме в верхний и нижний трубопроводы подается воздух, в средний – водород.

3.5.4 Подключение колонок к ПФД

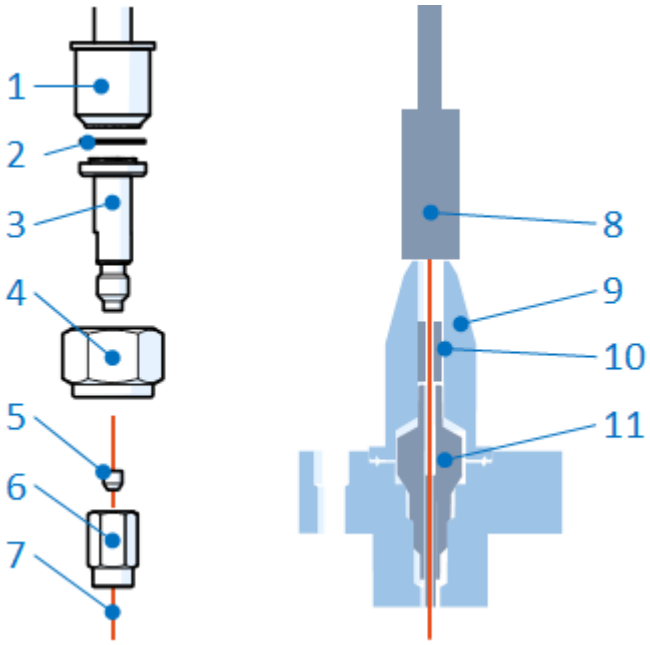
Перед установкой колонки необходимо выключить хроматограф, снять верхнюю крышку детектора.

Подключение капиллярной колонки

К штуцеру детектора в термостате подключить переходник 6.115.318 перед установкой капиллярной колонки. Конструкция переходника в сборе показана ниже (Рисунок 3.47, поз. 2-4).

Поместить шайбу 2 (8.942.247) на упор 3 (6.278.008) и вставить в гайку 4 (8.930.268-01) как показано на рисунке. Присоединить эту сборку к штуцеру 1 детектора. Затянуть гайку 4 усилием "от руки", затем подтянуть ключом на 10 – 15°.

Отрезать конец колонки (5–20 мм). Это позволит избежать попадания графита в колонку. Срез должен быть ровным, без сколов и трещин. Срезанный конец колонки протереть кусочком безворсовой ткани, смоченной в этаноле, для удаления пыли и других загрязнений.



1 – штуцер детектора, 2 – шайба 8.942.247, 3 – упор 6.278.008, 4 – гайка 8.930.268-01, 5 – феррула, 6 – гайка 8.930.339, 7 – колонка капиллярная, 8 – упор 8.366.064, 9 – верхняя горелка, 10 – центрирующая вставка, 11 – нижняя горелка

Рисунок 3.47 – Установка капиллярной колонки

Надеть гайку 6 (8.930.339) и феррулу 5 (например, #072626 SGE, конусом вниз) на конец колонки 7.

Установить упор 8.366.064 в камере детектора на горелку как показано на рисунке выше. Для работы в однопламенном режиме капиллярная колонка устанавливается по упору до среза верхней горелки.

Поместить гайку 6 и феррулу 5 на некотором расстоянии (например, ≈ 90мм) от конца колонки. Вставить колонку в детектор вверх до того пока конец колонки не достигнет упора 8.366.064. Затем зафиксировать позицию колонки и закрутить гайку 6 усилием "от руки".

Затем довернуть гайку 6 ключом на 60-90 градусов так, чтобы колонку нельзя было вытянуть из гайки (колонка зафиксирована феррулой).

По окончании установки колонки, установить верхнюю крышку детектора, зафиксировать ее винтами. При первом включении колонки со свежим срезом рекомендуется произвести отжиг колонки, который происходит в автоматическом режиме и реализован в ПО Хроматэк Аналитик, раздел 7.5 – Сервисные операции. Отжиг конца колонки в ПФД.

При повторной переустановке колонки обгоревший конец ее необходимо обрезать не менее чем на (5-10) мм.

Подключение насадочной колонки в однопламенном режиме

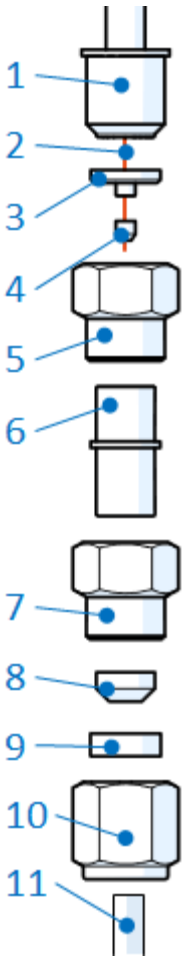
Комплект для подключения насадочной колонки к ПФД поставляется по заказу:

- 214.4.069.027 комплект для установки насадочных колонок 5.4мм.
- 214.4.069.026 – комплект для установки насадочных колонок 3.2мм (1/8").

На рисунке ниже показан комплект для установки насадочных колонок 214.4.069.027 под колонки 5,4мм. Комплект 214.4.069.026 имеет сходный состав, отличается присоединением колонки.

Установка капилляра и переходных штуцеров для работы насадочной колонки в однопламенном режиме производится в следующей последовательности.

- Перед установкой капилляра снять верхнюю крышку детектора (хроматограф должен быть выключен).
- Закрепить втулку 3 (8.224.073) со штуцером 5 (8.652.307) на штуцере детектора. Усилие затяжки штуцера "от руки" с последующим доворотом ключом на (10–15) градусов.
- На капилляр 2 (7.352.085) установить феррулу 4 конусом вниз как показано на рисунке. Затем вставить капилляр с феррулой в штуцер детектора, установить переходную втулку 6 (8.224.075) конусообразным отверстием под феррулу вверх и штуцер 7 (8.652.307). При установке и креплении капилляра соблюдать осторожность во избежание его поломки. Штуцер 6 завернуть усилием от руки.
- С помощью упора 8.366.064 из комплекта ЗИП отрегулировать уровень установки капилляра таким образом, чтобы уровень капилляра точно совпадал с торцом верхней горелки (Рисунок 3.47).
- С помощью пинцета установить центрирующую вставку.
- Закрыть верхнюю крышку детектора.
- Штуцер 7 завернуть ключом на (10-15) градусов.



1 – штуцер детектора, 2 – капилляр 214.7.352.085 (100мм), 3 – втулка 214.8.224.073, 4 – феррула 0,8 мм внутр. диам. Кат. № 072626 (SGE), 5 – штуцер 214.8.652.307, 6 – втулка 214.8.224.075, 7 – штуцер 214.8.652.307, 8 – втулка 214.8.220.380 (резина), 9 – втулка 214. 8.223.013, 10 – гайка 214.8.930.172, 11 – колонка насадочная диаметром 5,4мм

Рисунок 3.48 – Подключение насадочной колонки в однопламенном режиме

Уровень расположения штуцера ПФД в однопламенном режиме ниже обычных штуцеров. Поэтому второй конец колонки также должен устанавливаться с помощью специального удлиненного штуцера для испарителя (из комплекта для установки насадочной колонки к ПФД).

Колонка насадочная вставляется в переходную втулку до упора.

При использовании в качестве уплотнений графитовых муфт 6.453.038 усилие затяжки гайки 8.930.172 "от руки" с последующим доворотом ключом на (30-60) градусов. При уплотнении стеклянной колонки с помощью графитовых муфт следует соблюдать осторожность во избежание ее поломки.

При использовании в качестве уплотнений резиновых муфт на колонку надеваются гайка 8.930.172, втулка 8.223.013, муфта 8.220.380. Усилие затяжки гайки "от руки".

3.5.5 Особенности применения ПФД

При анализе углеводородных матриц в однопламенном режиме ПФД, если анализируемые серосодержащие соединения не разделяются от углеводородов, проявляется углеводородный эффект гашения пламени. Он сопровождается понижением чувствительности к анализируемому веществу и является результатом процесса захвата фотона, излучаемого возбужденной молекулой серы анализируемого вещества. Для исключения таких процессов рекомендуется двухпламенный режим работы ПФД. Но при работе в двухпламенном режиме происходит некоторое снижение чувствительности ПФД.

Для достижения наилучшей чувствительности и линейности градуировочных характеристик при анализе серосодержащих соединений на ПФД необходимо обеспечить минимальное содержание углеводородов и диоксида углерода в питающих газах (водород, воздух), т.к. эти примеси вызывают углеводородный эффект гашения пламени.

В частности, при питании от генератора водорода и компрессора рекомендуется использование дополнительных устройств (узлов) очистки.

Таблица 3.7 – Режимы работы ПФД

Режим работы	**Колонка**	**Характеристика**
Однопламенный	Капиллярная	Хорошая селективность, высокая чувствительность. Для анализов сложных углеводородных матриц. Детальная качественная идентификация анализируемых компонентов.
Однопламенный	Насадочная	Умеренная селективность, высокая чувствительность. Возможен эффект снижения чувствительности на (30 – 50) % при наложении пиков углеводородов.
Двухпламенный	Капиллярная	Хорошая селективность, умеренная чувствительность. Для анализов сложных углеводородных матриц, когда не требуется максимальная чувствительность.
Двухпламенный	Насадочная	Хорошая селективность, умеренная чувствительность. Схемы анализа с обратной продувкой насадочной колонки.

При анализе углеводородных матриц на ПФД рекомендуется:

- в однопламенном варианте использовать высокоэффективную капиллярную колонку;
- при работе с насадочной колонкой использовать двухпламенный режим.

Таблица 3.8 – Рекомендуемые расходы газов

Расход, мл/мин	**Режим работы**		
	С насадочной колонкой	**С капиллярной колонкой**	**Поджиг**
Однопламенный режим:			
Водород	140 (50*)	140 (50*)	80
Воздух	40 (50*)	40 (50*)	180
Двухпламенный режим:			
Верхний воздух	170	170	170
Водород	140	140	140
Нижний воздух	80	40	80

* Режим максимальной чувствительности к фосфор– и серосодержащим соединениям (селективность детектора понижена). Допускается задавать расход водорода и воздуха в диапазоне указанных значений (от 50 до 140 мл/мин для водорода и от 40 до 50 мл/мин для воздуха). При повышении расхода водорода и/или понижении расхода воздуха чувствительность ПФД снижается, селективность повышается.

Выбор рабочей температуры детектора зависит от решаемой задачи (температура детектора выбирается на 20 °С выше максимальной температуры колонки, но не ниже 150 °С; с ростом температуры детектора отклик по сере снижается).

В детекторе могут применяться два типа рабочих камер:

- рабочая камера из нержавеющей стали (7.015.003). Основное достоинство – камера не окисляется при образовании в детекторе конденсата;
- рабочая камера из алюминия (7.015.003-01). Основное достоинство – более высокая (в 1,5–2 раза выше, чем при использовании камеры 7.015.003) чувствительность детектора за счет лучшей светоотражательной способности камеры. Недостаток – алюминий подвержен окислению при образовании в детекторе конденсата.

Для предотвращения образования конденсата в рабочей камере рекомендуется в режиме охлаждения хроматографа задавать расход водорода не менее50 мл/мин).

Поджиг пламени ПФД:

В отличие от алгоритма поджига для ПИД и ТИД здесь хроматограф не следит за пламенем постоянно, а выполняет периодическую проверку его наличия. Программа считает, что при переходе с этапа "Нулевой" на этап "Подготовка" пламя не горит и поджиг должен быть выполнен в любом случае. Измерение фона в этот момент не выполняется.

Измерение фона и определение наличия пламени методом, традиционным для ПИД и ТИД не выполняется по причине возможного переменного темнового фона фотоумножителя, который затрудняет однозначное определение наличия пламени.

Алгоритм поджига пламени ПФД следующий:

- Формируется заданный в конфигурации расход воздуха и водорода.
- Нагреваются спирали поджига детекторов данного канала в течении 8 секунд.
- Отключаются спирали поджига.
- Формируются заданные в режиме расходы газов для детекторов.
- Через 10 секунд после выхода расходов воздуха и водорода на заданный режим, измеряется выходной сигнал детектора.
- Расход воздуха увеличивается на 20 мл/мин относительно значения в режиме (например, при заданном расходе 40 мл/мин, будет установлено значение 60 мл/мин).
- Через 5 секунд измеряется выходной сигнал детектора.
- Если сигнал превысил заданное в конфигурации значение порога, считается, что пламя горит. Расходы газов устанавливаются в соответствии с заданными в режиме значениями.
- В противном случае увеличивается **расход воздуха** на величину, заданную в конфигурации, и попытка поджига повторяется.

Может быть выполнено семь попыток поджига, по истечении которых при отсутствии пламени устанавливается этап "Нулевой" и выводится сообщение "Невозможно выполнить поджиг".

3.5.6 Техническое обслуживание ПФД

Операции по устранению неисправностей автоматического поджига, очистке коллектора соответствуют аналогичным операциям для детектора ПИД (см. раздел 3.3.6).

Специфичными для детектора ПФД причинами нестабильного поджига могут являться:

- Поврежденный или неправильно установленный капилляр (колонка) в детекторе,
- Слишком холодная верхняя часть детектора (из-за принудительного охлаждения, например в потоке воздуха кондиционера), слышны многократные хлопки из-за образования конденсата.

Для усиления светового потока в ПФД используется зеркальная поверхность рабочей камеры. В процессе эксплуатации поверхность камеры и защитное стекло загрязняются продуктами сгорания и мутнеют. Светоотражательные характеристики камеры и пропускная способность защитного стекла снижаются, что приводит к уменьшению полезного сигнала детектора.

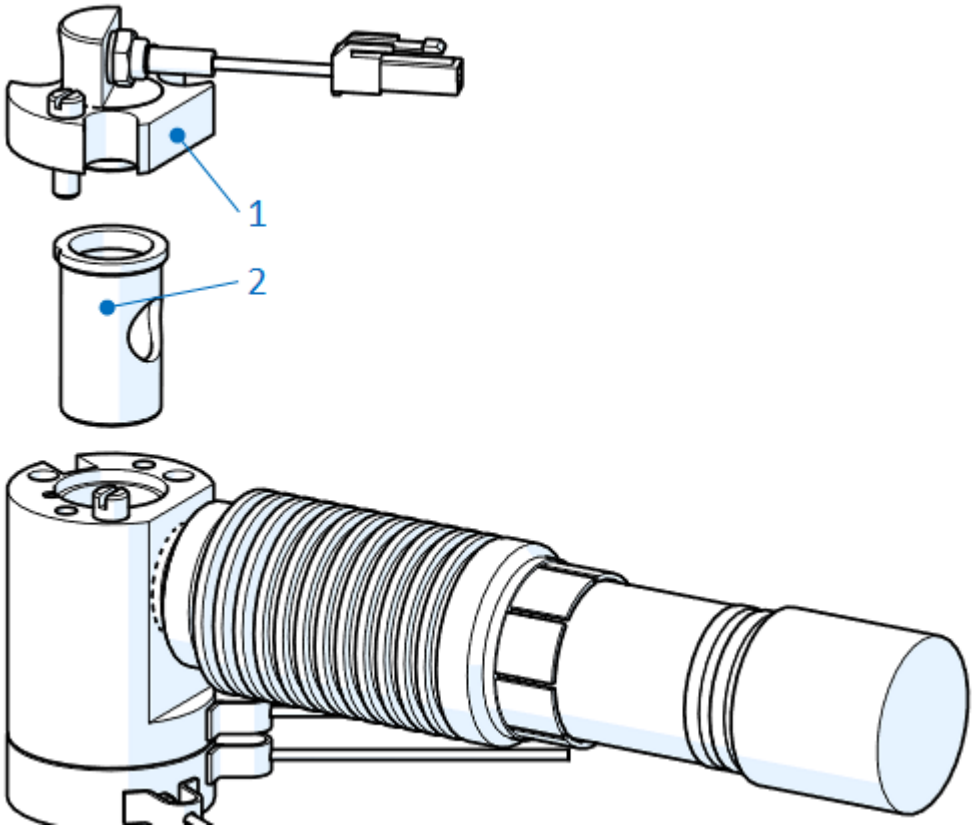
Для устранения данной проблемы необходимо выполнять периодическую очистку рабочей камеры детектора и защитного стекла (кварцевого диска).

Операции по обслуживанию детектора ПФД выполнять при выключенном хроматографе.

Очистка рабочей камеры детектора (Рисунок 3.49):

- с помощью отвертки отвернуть крепежные винты крышки детектора (1);
- снять крышку;
- с помощью пинцета извлечь из корпуса детектора сменную камеру (2);

- внутреннюю поверхность камеры протереть с нажимом палочкой с ватным тампоном, смоченным спиртом или ацетоном.

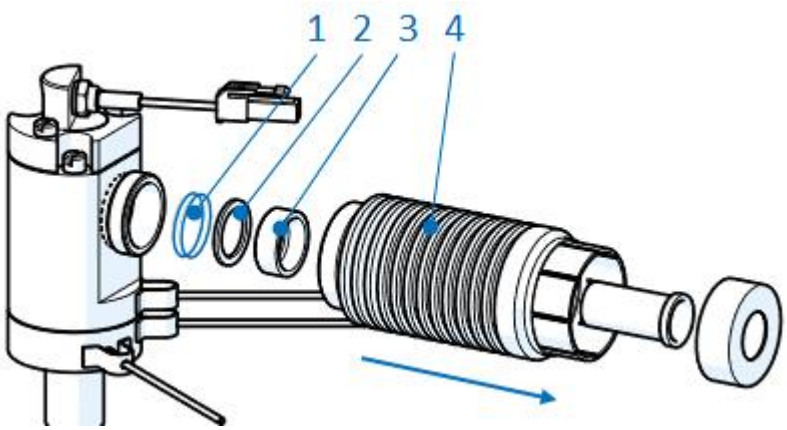


1 – верхняя крышка, 2 – рабочая камера

Рисунок 3.49 – Извлечение рабочей камеры

Очистка защитного стекла:

- с помощью отвертки ослабить винт крепления ФЭУ;
- снять ФЭУ;
- снять вентилятор охлаждения.
- отвернуть и снять радиатор ФЭУ 4;
- с помощью пинцета извлечь прижимную втулку защитного кварцевого диска 3;
- извлечь пинцетом резиновое кольцо 2 и защитный кварцевый диск 1;
- очистить кварцевый диск с обеих сторон с помощью тампона, смоченного ацетоном, спиртом или другим растворителем.



1 – кварцевый диск, 2 – резиновое кольцо, 3 – прижимающая втулка, 4 – радиатор

Рисунок 3.50 – Извлечение защитного стекла

При проведении вышеперечисленных действий не следует касаться поверхностей кварцевого диска во избежание их загрязнения.

Допускается применять для более качественной очистки кварцевого диска такие растворители как "царская водка".

3.6 Фотоионизационный детектор (ФИД)

3.6.1 Принцип действия ФИД

Фотоионизационный детектор (ФИД) относится к неразрушающим концентрационным детекторам ионизационного типа. Его действие основано на эффекте фотоионизации молекул вещества пробы потоком ультрафиолетового излучения и последующей регистрацией тока. Источником ультрафиолетового излучения служит газоразрядная лампа, наполненная инертным газом. Регистрация ионного тока происходит в ионизационной камере.

Можно выделить 4 типа ионизации. Прямая ионизация регистрируемых веществ (*AB*) при воздействии фотонов (с энергией $h\nu$) с высвобождением электрона (e) и образованием молекулярного иона (AB^+):

$$\mathrm{AB} + \mathrm{h\nu} \rightarrow \mathrm{AB^+} + \mathrm{e}$$

Ионизация в результате взаимодействия молекул с возбужденными молекулами газа–носителя C*:

$$\mathrm{C} + \mathrm{h\nu} \rightarrow \mathrm{C^*}$$

$$\mathrm{AB} + \mathrm{C^*} \rightarrow \mathrm{AB^+} + \mathrm{e} + \mathrm{C}$$

Ионизация фотонами с промежуточным переходом молекул AB в возбужденное состояние:

$$\mathrm{AB} + \mathrm{h\nu} \rightarrow \mathrm{AB^*}$$

$$\mathrm{AB^*} \rightarrow \mathrm{AB^+} + \mathrm{e}$$

Побочные реакции, ответственные за рекомбинацию заряженных частиц:

$$\mathrm{AB^+} + \mathrm{e} \rightarrow \mathrm{AB}$$

$$\mathrm{C} + \mathrm{e} \rightarrow \mathrm{C^-}$$

$$\mathrm{AB^+C^-} + \mathrm{AB} + \mathrm{C}$$

Таблица 3.9 – Потенциалы ионизации некоторых веществ

Компонент	**Потенциал ионизации, эВ**	**Компонент**	**Потенциал ионизации, эВ**
Постоянные газы	>12	Ацетон	9,7
Вода	12,6	Этанол	10,48
Алканы С1–С4	10,6	Винилхлорид	9,6
Диоксид углерода	12,8	Этилен	10,5
Оксид углерода	14	Диметилсульфид	8,7
Бензол	8,2	Сероводород	10,5
Толуол	8,8	Диоксид серы	12,3
Циклогексен	8,9	Карбонилсульфид	11,2
Циклогексан	9,9	Аммиак	10,5
н–гексан	10,2	Оксид азота	9,3

Ионизируются молекулы, потенциал ионизации которых ниже, чем энергия фотонов. Источником излучения является газоразрядная лампа. Обычно в комплекте детектора ФИД применяется криптоновая лампа с потенциалом ионизации 10,6 эВ. По специальному заказу может быть поставлен ФИД с аргоновой лампой (потенциал ионизации 11.2 эВ).

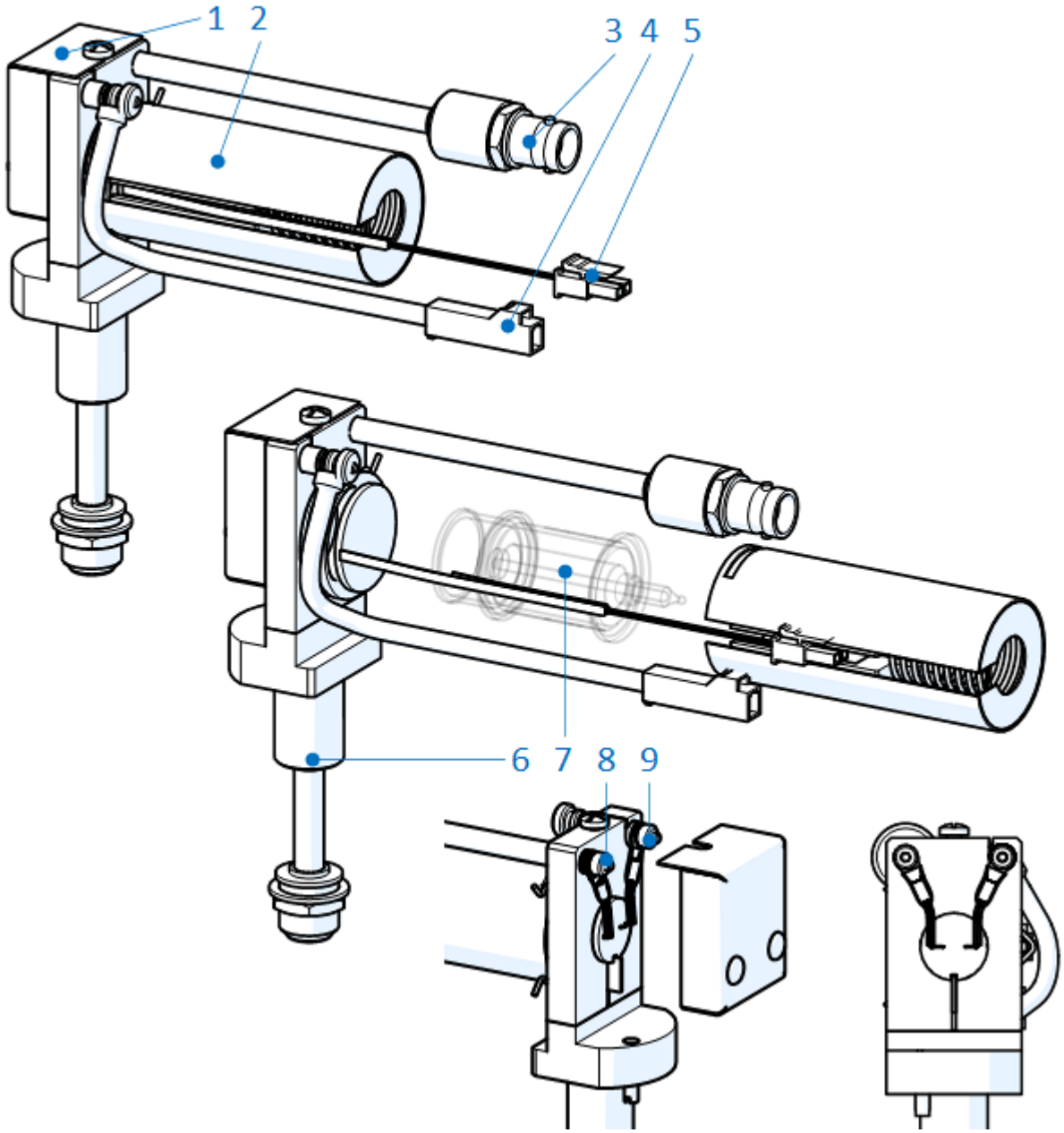
Для стандартных веществ и условий тестирования линейный диапазон ФИД составляет свыше 10^7.

3.6.2 Конструкция и установка ФИД

Детектор содержит следующие основные элементы: корпус детектора 6 (Рисунок 3.51), лампу 7 – источник ультрафиолетового излучения, ионизационную камеру, образованную изолятором (расположен под кожухом 2) и окном лампы, поляризующую и сигнальную цепи.

Детектор устанавливается в стандартное посадочное место нагревательной панели, крепится в термостате с помощью шайбы и гайки. Детектор закрыт крышкой, которая крепится на 4-х винтах.

В ионизационной камере расположены электроды, один из которых (коллекторный) подключается к усилителю, а другой (поляризующий) – к источнику напряжения 200 В. Электроды подключены к соответствующим цепям пружинными контактами (8, 9). Для защиты от механических воздействий лампа защищена кожухом 2, который также служит электромагнитным экраном. Ионизационная камера и электроды защищены кожухом 1. Расстояние между поляризующим и сигнальным контактами 8 и 9 должно составлять (1-2) мм.



1 – кожух 8.634.474, 2 – кожух 6.430.276 с пружиной 8.687.031 и изолятором 7.890.006, 3 – контакт 6.622.052 (к усилителю ФИД), 4 – кабель 6.644.223 (поляризующее напряжение 200В), 5 – кабель питания лампы ФИД (к плате 3мА), 6 – корпус детектора, 7 – лампа 5.132.055, 8 – контакт коллекторного электрода 7.352.037; 9 – контакт поляризующего электрода 7.352.037.

Рисунок 3.51– Детектор ФИД 2.840.014-01.01

Ионизационная камера ФИД выполнена из фторопласта с максимальной рабочей температурой 250°С, поэтому, во избежание выхода детектора из строя, даже со снятой лампой запрещается задавать температуру детектора более 250 °С.

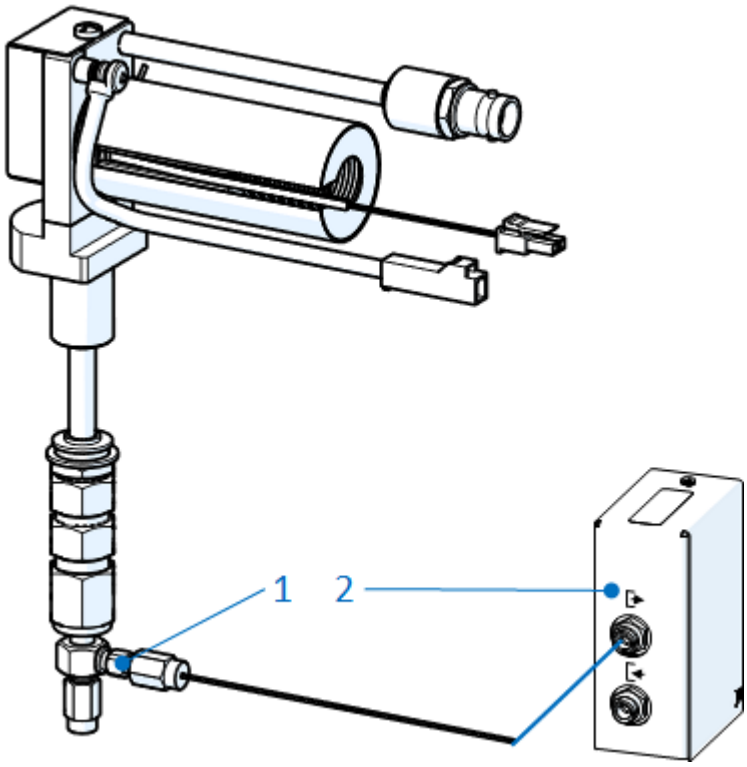
В ФИД используется высокое напряжение для питания лампы. Необходимо соблюдать меры предосторожности при установке детектора.

При установке ФИД в правый отсек хроматографа устанавливается и подключается плата – стабилизатор 200 В – формирующая поляризующее напряжение ФИД, а также плата питания лампы – стабилизатор 3 мА.

Лампа подключиться к разъему Д стабилизатора 3 мА с помощью кабеля. При подключении лампы необходимо соблюдать полярность – для этого на разъем лампы нанесена маркировка в виде точки. Маркированному контакту лампы соответствует контакт 1 разъема кабеля. Для более надежного соединения разъем кабеля надевается на направляющую детектора.

3.6.3 Подключение газов к ФИД

К самому детектору питающие газы не подводятся, однако при использовании капиллярной колонки к тройнику 6.453.131-02 перед входным штуцером детектора дополнительно подводится поддувной газ с РРГ-10.



1 – тройник 6.453.131-02, 2 – РРГ-10

Рисунок 3.52 – Подключение газов к ФИД при работе с капиллярной колонкой

3.6.4 Подключение колонок к ФИД

При работе ФИД с капиллярной или насадочной колонкой, для ввода потока газа из колонки в ионизационную камеру используется капилляр. Верхний конец капилляра должен находиться на расстоянии 2 мм от верхней стенки камеры. При увеличении этого расстояния, происходит размывание пиков. Положение капилляра можно проконтролировать визуально, вынув лампу из детектора.

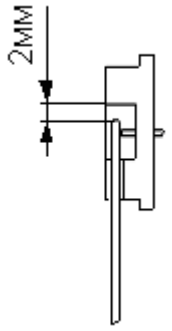


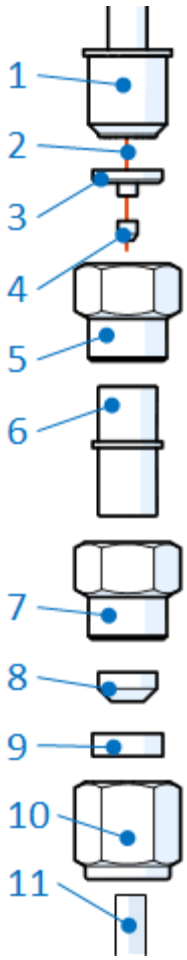
Рисунок 3.53 – Положение капилляра в ионизационной камере

Установка капилляра и насадочной колонки

Установка капилляра и переходных штуцеров для работы с насадочной колонкой производится в следующей последовательности.

- Закрепить втулку 3 (8.224.073) со штуцером 5 (8.652.307) на штуцере детектора. Усилие затяжки штуцера "от руки" с последующим доворотом ключом на (10–15) градусов.
- На капилляр 2 (7.352.085) установить феррулу 4 конусом вниз как показано на рисунке на расстоянии 92мм от верхнего конца капилляра устанавливаемого в детектор до верхнего торца феррулы .
- Установить переходную втулку 6 (8.224.075) конусообразным отверстием под феррулу вверх в штуцер 7 (8.652.307). Затем аккуратно установить капилляр с феррулой конусом вниз в переходную втулку 6, сохраняя положение феррулы на капилляре.
- Вставить капилляр с всю сборку в штуцер детектора. При установке и креплении капилляра соблюдать осторожность во избежание его поломки. Штуцер 7 завернуть усилием от руки, затем довернуть ключом на 10-15 градусов.
- Вставить колонку 11 с гайкой 10 (8.930.172) и муфтой 8 (6.453.038) в штуцер до упора. Усилие затяжки гайки "от руки" с последующим доворотом ключом на 30-60 градусов.

Уровень расположения штуцера ФИД для насадочной колонки ниже обычных штуцеров. Поэтому второй конец колонки также должен устанавливаться с помощью специального удлиненного штуцера для испарителя (из комплекта ЗИП детектора ФИД).



1 – штуцер детектора, 2 – капилляр 214.7.352.085 (100мм), 3 – втулка 214.8.224.073, 4 – феррула 0,8 мм внутр. диам. Кат. № 072626 (SGE), 5 – штуцер 214.8.652.307, 6 – втулка 214.8.224.075, 7 – штуцер 214.8.652.307, 8 – втулка 214.8.220.380 (резина), 9 – втулка 214. 8.223.013, 10 – гайка 214.8.930.172, 11 – колонка насадочная диаметром 5,4мм

Рисунок 3.54 – Подключение насадочной колонки

Подключение капиллярной колонки

Перед установкой капиллярной колонки в детектор ФИД следует установить на штуцер детектора капилляр и необходимые элементы 2-7, как показано выше при установке насадочной колонки.

Подключение капиллярной колонки к детектору ФИД выполняется через тройник 6.453.131-03 (Рисунок 3.55). В боковой штуцер тройника осуществляется, поддув газа в ФИД для компенсации потока.

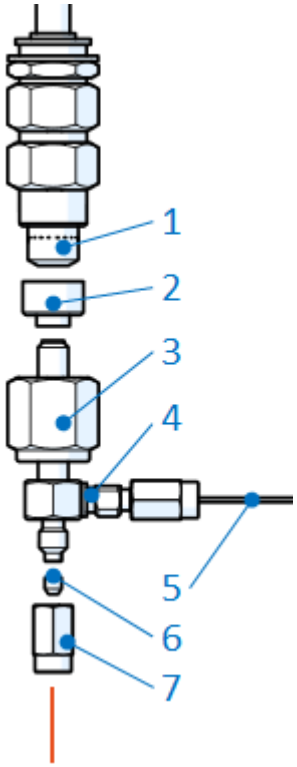
Гайка 3 (8.930.172) и муфта 2 (6.453.038) последовательно устанавливаются на тройник 4, как показано на рисунке. Тройник вставляется в подготовленный адаптер ФИД 1 до упора, и уплотняется гайкой 3. Усилие затяжки гайки "от руки", с последующим доворотом на 180-270 градусов для новой муфты и 45-60 градусов при повторных уплотнениях.

Боковая трубка диаметром 1.6 мм подключается в линию поддува газа-носителя в ФИД.

Надеть гайку 7 (8.930.339) и феррулу 6 (например, #072626 SGE, конусом вниз) на конец колонки.

Отрезать конец колонки (5–20 мм). Это позволит избежать попадания графита в колонку. Срез должен быть ровным, без сколов и трещин. Срезанный конец колонки протереть кусочком безворсовой ткани, смоченной в этаноле, для удаления пыли и других загрязнений.

Вставить колонку в тройник, закрутить гайку 7 усилием "от руки", сдвинуть колонку вверх до упора и сдвинуть примерно на 1 мм вниз. Удерживая тройник 4 от проворота ключом (на 8), довернуть гайку 7 ключом (на 7) на 60-90° так, чтобы колонку нельзя было вытянуть из гайки (колонка зафиксирована феррулой).



1 – адаптер капилляра (Рисунок 3.48), 2 – муфта 6.453.038, 3 – гайка 8.930.172, 4 – тройник 6.453.131-03, 5 – трубопровод поддува, 6 – феррула, 7 – гайка 8.930.339

Рисунок 3.55 – Подключение капиллярной колонки

Если в работе с ФИД используется делитель на два детектора (например, 5.885.013 или аналогичный, обеспечивающий поддув), то отрезок капиллярной колонки устанавливается в ФИД также как в другой детектор (без тройника и капилляра). Отрезок капиллярной колонки при этом не доходит до верхней стенки камеры на 1 мм.

3.6.5 Особенности применения ФИД

Чувствительность

Чувствительность ФИД уменьшается в следующих рядах соединений:

- Ароматика > алкены > алканы.
- Кетоны > альдегиды > эфиры > спирты.
- Циклические > нециклические.

Чувствительность ФИД зависит от химического строения молекулы: числа атомов углерода, природы и положения функциональных групп, двойных и сопряженных двойных связей.

При параллельном детектировании ФИД с ПИД возможно проводить идентификацию по классам углеводородов с достаточно высокой вероятностью.

Сигнал ФИД пропорционален концентрации анализируемого вещества в ионизационной камере и интенсивности ультрафиолетового излучения лампы. Концентрация вещества в камере зависит от расхода газа-носителя через нее. Линейный диапазон детектора ФИД один из самых высоких, около 10^7.

Выбор газа-носителя

Типы ионизации, приведенные в разделе 3.6.1, не накладывают жестких ограничений на выбор газа-носителя, поскольку их потенциалы ионизации достаточно высокие. Однако в качестве газа-носителя предпочтительно использовать аргон, так как скорость электронов в его среде выше, а поглощение им УФ-излучения ниже, чем у других газов. Соответственно, отклик на бензол снижается примерно в 1,5 раза при замене аргона на азот или гелий и в 5 раз при замене на CO_2.

Режим работы

Температура детектора. При высокой температуре детектора снижается чувствительность и сокращается срок службы лампы. Рекомендуется задавать температуру детектора на уровне минимально допустимого уровня (на 5-10°С выше максимальной температуры колонки), но не выше 250 °С.

Оптимальный поток газа через детектор (поддув + поток через колонку) от 15 до 30 мл/мин.

3.6.6 Эксплуатация лампы ФИД

Лампа ФИД является основным узлом, качество ее работы определяет чувствительность детектора. Чувствительность детектора может снижаться в результате двух факторов: загрязнение лампы и ограниченный ресурс работы. Операции по очистке лампы приведены в разделе 3.6.7. Средний ресурс работы криптоновой лампы ФИД 300-500 часов в зависимости от температуры детектора, более подробная информация приводится в сопроводительной документации производителя.

Процессорный модуль ПМ3 имеет несколько программных настроек, использование которых позволит увеличить срок службы лампы.

Начальное состояние лампы

В разделе 3.2.1 Настройка конфигурации. Хроматограф газовый [ПМ3] программы Хроматэк Аналитик, есть настройка детектора ФИД – **Начальное состояние лампы**. По умолчанию лампа выключена, фон детектора равен 0 мВ. В этом состоянии лампа выключена на любом этапе работы хроматографа (Подготовка, Готовность, Анализ и т.д.), если ее специально не включить. Программное включение лампы во время анализа описано ниже.

Во время работы не рекомендуется переводить начальное состояние лампы в положение "включено", это можно делать кратковременно для проверки работоспособности лампы.

Программирование включения лампы во время анализа

Время включения лампы и выхода ее на режим составляет не более 5 секунд, поэтому целесообразно использовать лампу только для анализа целевых компонентов, это существенно продлит срок службы лампы. В другое время лампа должна быть выключена.

Программирование включения / выключения лампы производится **Режиме хроматографа** программы "Хроматэк Аналитик", описание настройки приведено в разделе 3.4.1 Задание режима анализа. Хроматограф газовый [ПМ3] программы "Хроматэк Аналитик".

3.6.7 Техническое обслуживание ФИД

В процессе эксплуатации ФИД неизбежно постепенное загрязнение окна ионизирующей лампы и камеры детектора компонентами пробы, неподвижной фазы с колонки, следствием чего может стать существенное снижение чувствительности детектора. Для устранения этого нежелательного явления рекомендуется, по мере необходимости, производить очистку окна лампы и поверхностей камеры.



Контакты лампы и камеры находятся под высоким напряжением. Все действия по сборке и разборке детектора производить только при отключенном питании прибора.

Очистка окна ионизирующей лампы:

- отсоединить разъем питания лампы и разъем подачи напряжения 200 В;
- снять кожух детектора, ослабив винт его крепления;
- придерживая кожух лампы рукой, снять скобу, фиксирующую кожух;
- аккуратно снять кожух вместе с лампой;
- извлечь лампу из кожуха;



- окно лампы протереть палочкой с ватным тампоном, смоченным спиртом, до появления характерного "стекольного" скрипа";
- после очистки лампу выдержать в термостате хроматографа при температуре 100 °С в течение 10 мин;
- собрать детектор в обратной последовательности.

При проведении вышеперечисленных действий не следует касаться окна лампы.

Не следует погружать лампу в растворитель полностью, поскольку это может повредить лампу.

Иногда, в случае сильного загрязнения окна лампы, описанной процедуры очистки недостаточно для восстановления чувствительности детектора. В этом случае необходимо применить процедуру очистки с помощью слабоабразивных чистящих средств типа Comet, Пемоксоль или аналогичных им.

Для очистки выполнить действия:

- Извлечь лампу из детектора
- Намочить окно лампы и палец водопроводной водой.
- Взять на мокрую подушечку пальца 1-2 мм^3 чистящего средства и, слегка касаясь окошка лампы, круговыми движениями протереть его в течение 20...30 сек.
- Тщательно смыть чистящее средство с лампы водопроводной водой.
- Окно лампы протереть палочкой с ватным тампоном, смоченным спиртом, до появления характерного "стекольного" скрипа;
- После очистки лампу выдержать в термостате хроматографа при температуре 100 °С в течение 10...20 мин.

При проведении данной процедуры очистки не исключено появление небольших царапин на окне лампы. Частая и интенсивная очистка слабоабразивными средствами может привести к помутнению окна и потере чувствительности детектора. Не рекомендуется использовать данную процедуру чаще 1 раза в 3 месяца. Не рекомендуется сильно прижимать палец к окну лампы во время очистки.

Замена лампы

По истечении ресурса работы лампы, ее чувствительность постепенно снижается, лампа подлежит замене. Действия при замене лампы аналогичны вышеописанной процедуре снятия и установки лампы при ее очистке.

После замены лампы необходимо провести повторную градуировку прибора.

3.7 Электронозахватный детектор (ЭЗД)

3.7.1 Принцип действия ЭЗД

Принцип действия электронозахватного детектора основан на захвате молекулами анализируемых соединений свободных электронов, находящихся в ионизационной камере детектора.

Первичные электроны, испускаемые радиоактивным источником (бета-излучение), сталкиваются с молекулами газа-носителя или поддувного газа (например, азота). В результате, образуются вторичные электроны и положительные ионы:

$$\beta^* + N_2 \rightarrow \beta + N_2^+ + e^-$$

Между электродами детектора присутствует слабое электрическое поле, приводящее к сбору вторичных электронов на аноде и появлению начального тока.

Когда через ионизационную камеру детектора пропускается анализируемое вещество, ток начинает уменьшаться вследствие захвата вторичных электронов молекулами этого вещества в соответствии с одной из следующих реакций:

$$e^- + AB \rightarrow AB^- + h\nu$$

$$e^- + AB \rightarrow A^\bullet + B^-$$

В первом случае, формируется отрицательный молекулярный ион AB^-, во втором – происходит диссоциация молекулы, с образованием свободного радикала $A^\bullet$ и отрицательно заряженного иона B^-.

Электронная схема хроматографа препятствует уменьшению начального тока детектора, увеличивая напряженность электрического поля между электродами и поддерживая, тем самым, постоянство величины этого тока. Изменение напряженности электрического поля, требуемое для сохранения неизменности начального тока, преобразуется в выходной сигнал детектора, пропорциональный концентрации анализируемого вещества.

Величина тока, протекающего через электроды детектора, соответствует значению опорного тока, задаваемого с клавиатуры хроматографа или компьютера.

Для стандартных веществ и условий тестирования линейный диапазон ЭЗД составляет выше 1×10^4.

3.7.2 Использование детектора ЭЗД с ИИ (Ni63)

Информация в данном разделе является обязательной для Российской Федерации. Нормы и регулирование в других странах могут отличаться. Пожалуйста, свяжитесь с региональным представителем СКБ "Хроматэк" в вашей стране за более подробной информацией.

Детекторы ЭЗД 2.840.040-01 и микро-ЭЗД 2.840.040-01.01 с установленными в них источниками ионизирующего излучения являются радиоизотопными приборами (РИП).

В детекторе ЭЗД 2.840.040-01 установлен источник бета–излучения радионуклидный закрытый Никель–63 код источника BNi3.C3.4.R с активностью 999 МБк.

В детекторе микро-ЭЗД 2.840.040-01.01 установлен источник бета-излучения радионуклидный закрытый Никель-63 код источника BNi3.C10.1.R активностью 370 МБк.

Радионуклидные источники, установленные в РИП (детекторы ЭЗД и микро-ЭЗД):

- по потенциальной радиационной опасности относятся к 5 категории (указано в паспорте на источник), что означает – опасность для человека очень маловероятна (РБ-042-07, НП-067-16, приложение № 2);
- по степени радиационной опасности относится ко 2 группе согласно СанПиН 2.6.1.3287-15, Приложение 1.

Деятельность с использованием радиационных источников, содержащих в своем составе только радионуклидные источники ионизирующего излучения 4 и 5 категорий радиационной опасности подлежит регистрации в порядке, установленном Правительством РФ согласно Постановления Правительства РФ от 19.11.2012 N 1184 "О регистрации организаций, осуществляющих деятельность по эксплуатации радиационных источников, содержащих в своем составе только радионуклидные источники четвертой и пятой категорий радиационной опасности".

Обращение с РИП 2 группы допускается после оформления санитарно-эпидемиологического заключения о соответствии условий работы с источниками ионизирующего излучения санитарным правилам (далее – СЭЗ).

Все поступившие РИП и содержащиеся в них источники подлежат учету и контролю (НП-067-16, Постановление N 1298).

Учет и контроль оформляется и направляется не позднее 10 суток после получения (или отправления) РИП в Региональный информационно-аналитический центр учета и контроля радиоактивных веществ и радиоактивных отходов (далее – РИАЦ) субъекта РФ по форме отчета в области государственного учета и контроля радиоактивных веществ и радиоактивных отходов согласно порядка и сроков представления отчетов (Приказ №1/24-НПА от 28.09.2016 г.). При отсутствии РИАЦ отчет предоставляется непосредственно в ЦИАЦ СГУК РВ и РАО.

Размещение, эксплуатация и вывод из эксплуатации РИП должны выполняться в соответствии с законодательством РФ: ФЗ-170 "Об использовании атомной энергии", СанПиН 2.6.1.3287-15, НРБ –99/2009; ОСПОРБ – 99/2010, СанПиН 2.6.1.1281-03

До истечения назначенного срока службы источника ионизирующего излучения (указан в паспорте на источник ионизирующего излучения) РИП должны быть демонтированы, а содержащиеся в них источники сданы на захоронение в специализированные организации или возвращены производителю РИП для последующей передачи на утилизацию.

3.7.3 Конструкция ЭЗД 2.840.040-01

Детектор ЭЗД 2.840.040-01 имеет нижний корпус 10, содержащий ионизационную камеру, в которой установлен радиоактивный источник. Источник представляет собой никелевую фольгу, свернутую в виде цилиндра. На внутренней поверхности цилиндра нанесен слой никеля-63, покрытый защитным слоем никеля. В ионизационную камеру помещена нижняя часть электрода 3, служащая анодом. Катодом является корпус 10 и радиоактивный источник. Через контакт 7 электрод 3 соединяется с усилителем ЭЗД. Верхний корпус 6 и 10 стягиваются тремя винтами с навесной пломбой.

Конструкция детектора ЭЗД позволяет извлекать электрод для чистки без применения инструмента. Время извлечение коллекторный электрода не более 1 минуты.

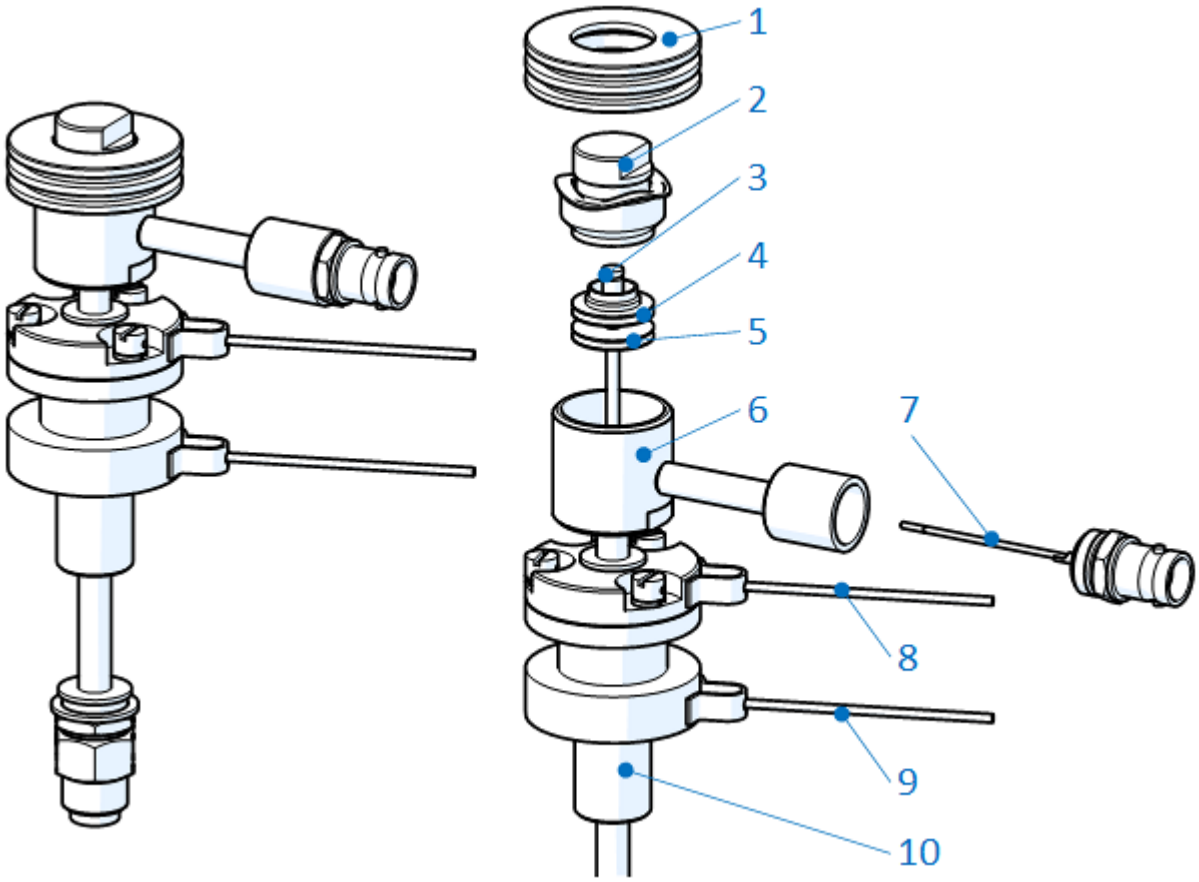


В детекторе ЭЗД установлен источник бета–излучения радионуклидный закрытый Никель–63 код источника BNi3.C3.4.R с активностью 999 МБк.

Детали 6 и 10 не разъединять. Пломбу с винтов не срывать!



При высоких температурах детектора (свыше 300 °С) следует обращать внимание на то, что верхняя часть детектора может быть нагрета до температуры, которая может привести к ожогу.



1 – гайка 8.936.016, 2 – крышка (корпус 8.034.320) с пружиной, 3 – электрод (корпус 6.115.361), 4 – изолятор верхний 7.854.006, 5 – изолятор нижний (шайба 7.854.033), 6 – верхний корпус 6.113.322, 7 – контакт 6.622.051, 8 – трубопровод сброса, 9 – трубопровод поддува, 10 – нижний корпус (корпус 6.115.150).

Рисунок 3.56 – Конструкция ЭЗД 2.840.040-01

3.7.4 Конструкция микро-ЭЗД 2.840.040-01.01

Детектор микро-ЭЗД 2.840.040-01.01 (Рисунок 3.60) предназначен для работы с капиллярными колонками, поэтому имеет меньшую ионизационную камеру, чем у детектора ЭЗД 2.840.040-01. Объем ионизационной камеры детектора микро-ЭЗД не более 0,15 $см^3$. Для снижения загрязнения и увеличения интервала обслуживания в микро-ЭЗД применен обдув электрода (анодный газ). В остальном конструкция детектора микро-ЭЗД 2.840.040-01.01 подобна детектору ЭЗД 2.840.040-01.

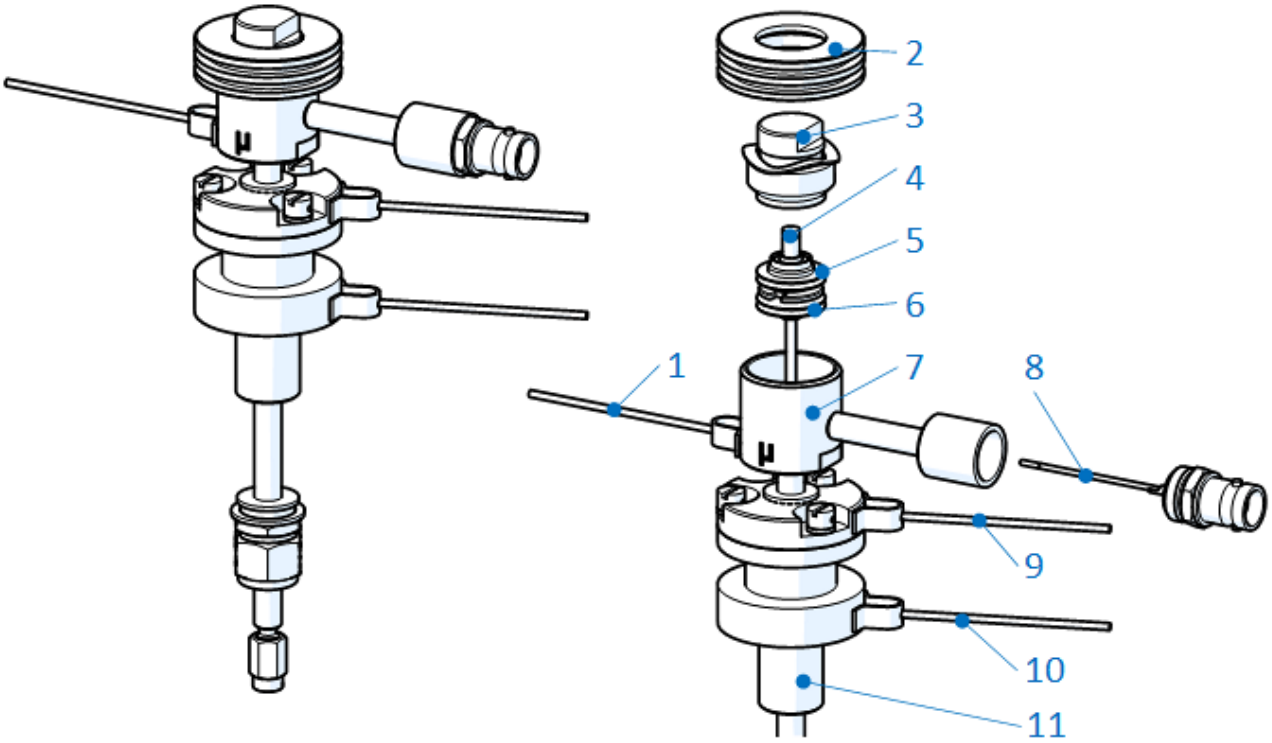
Конструкция детектора микро-ЭЗД позволяет извлекать электрод для чистки без применения инструмента. Время извлечение коллекторный электрода не более 1 минуты.

Детектор микро-ЭЗД, предназначен для работы с капиллярными колонками, имеет меньшие размеры рабочей камеры и источника, обладает чувствительностью примерно в 5 раз выше обычного детектора ЭЗД. Но высокая чувствительность сделала его и более чувствительным к загрязнениям. Для увеличения стойкости к загрязнению необходимо снизить концентрацию или объем вводимой пробы, увеличить коэффициент деления пробы в испарителе (если есть запас по чувствительности) и применить специальный режим работы.

В детекторе микро-ЭЗД установлен источник бета–излучения радионуклидный закрытый Никель–63 код источника BNi3.C10.1.R активностью 370 МБк.

Верхний корпус 7 и нижний корпус 11 не разъединять. Пломбу не срывать!

При высоких температурах детектора (свыше 300 °С) следует обращать внимание на то, что верхняя часть детектора может быть нагрета до температуры, которая может привести к ожогу.

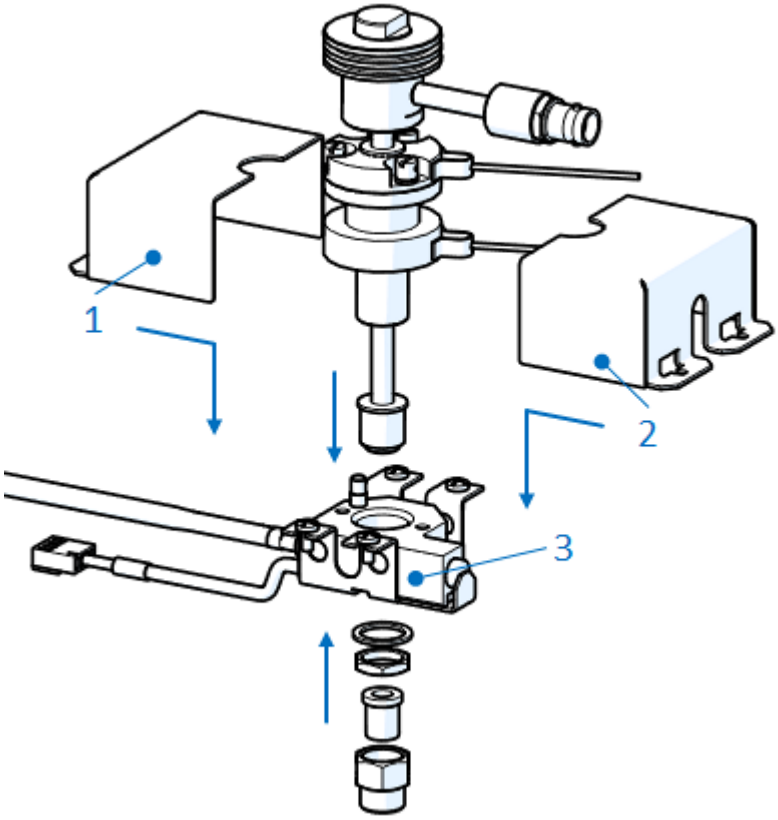


1 – трубопровод анодного газа, 2 – гайка 8.936.016, 3 – крышка (корпус 8.034.320) с пружиной, 4 – электрод (корпус 6.115.283), 5 – изолятор верхний 7.854.006, 6 – изолятор нижний (шайба 7.854.033), 7 – верхний корпус 6.113.280, 8 – контакт 6.622.051, 9 – трубопровод сброса, 10 – трубопровод поддува, 11 – нижний корпус 6.115.150.

Рисунок 3.57 – Конструкция микро-ЭЗД 2.840.040-01.01

3.7.5 Установка ЭЗД

Детектор ЭЗД и микро-ЭЗД устанавливается в стандартное посадочное место. Входной штуцер детектора проходит через отверстие в нагревателе и подтягивается в термостате колонок гайкой. Штифт в нижней части корпуса детектора входит в центрирующее отверстие в нагревателе. Нижняя часть детектора закрывается кожухами 1 и 2.



1, 2 – кожухи, 3 – нагреватель

Рисунок 3.58 – Установка ЭЗД

3.7.6 Питающие газы

Для детектора ЭЗД в качестве поддувного газа чаще всего применяется азот. Реже используют аргон с добавлением 5 об. % метана. Аргон/метан можно применять в том случае, когда требуется более широкий линейный диапазон отклика детектора или требуется большая подвижность электронов в ионизационной камере.

Газ-носитель для работы ЭЗД – азот, возможно применение других газов (гелий, водород).

Присутствие в газе-носителе и поддувном газе органических примесей, кислорода и паров воды снижает концентрацию свободных электронов в ионизационной камере, следовательно, и вероятность их захвата. Поэтому электронозахватный детектор требует особой чистоты газовых линий и содержания кислорода и паров воды в газе-носителе и поддувном газе менее 0,0001 об. %. Использование загрязненных газа-носителя и поддувного газа может приводить к высокому уровню фонового сигнала, снижению динамического и линейного диапазона детектора и искажению полезного сигнала.

Для детектора микро-ЭЗД рекомендуется использовать Азот 6.0. При использовании газа худшей чистоты достижений детектором заявленных характеристик не гарантируется.

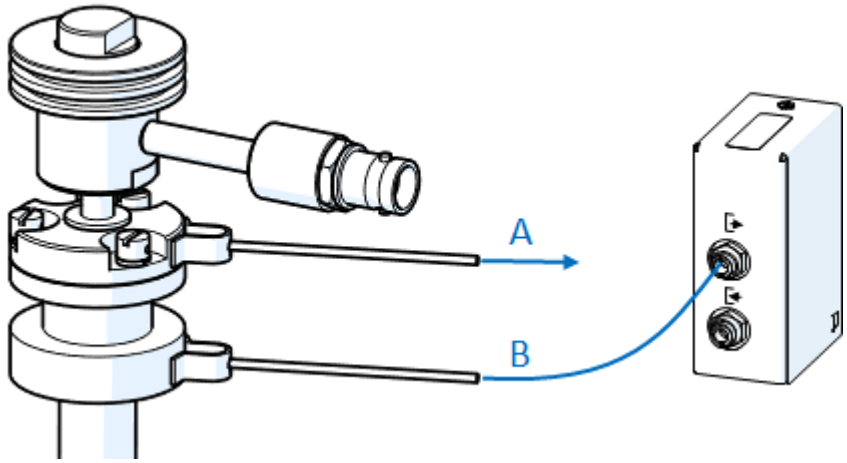
Для очистки газов от кислорода рекомендуется использовать Фильтр 20.0 (-02 или -03), либо универсальный фильтр для очистки от влаги, углеводородов и кислорода, например Кат.№ 1035348 (Trajan).

3.7.7 Подключение газов к ЭЗД

Схема газового питания ЭЗД 2.840.040-01

Поддув в детектор осуществляется с помощью регулятора расхода РРГ10.

Линия анодного газа закрыта заглушкой 8.632.206, гайкой 8.930.167 и муфтой 8.658.052.

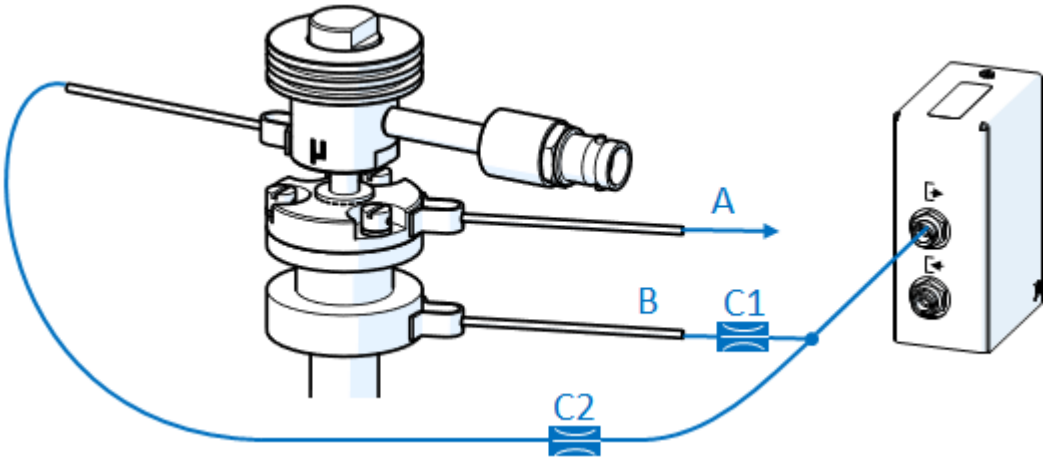


A – линия сброса, B – поддув

Рисунок 3.59 – Схема газового питания ЭЗД 2.840.040-01

Схема газового питания микро-ЭЗД 2.840.040-01.01

Поддув в детектор и подача анодного газа осуществляется с помощью регулятора давления РРГ11 и двух пневмосопротивлений. Датчик расхода на РРГ11 показывает общий расход газа поддува и анодного газа. Для определения расхода газа поддува или анодного газа показания датчика расхода РРГ11 необходимо разделить на два.



A – линия сброса, B – поддув, C1, C2 – пневмосопротивления, D – анодный газ

Рисунок 3.60 – Схема газового питания микро-ЭЗД 2.840.040-01.01

Для предотвращения загрязнения лаборатории агрессивными и токсичными веществами анализируемой пробы к трубопроводу "Выход ЭЗД" может подключаться дополнительный трубопровод для отвода газа из ЭЗД за пределы лаборатории.

3.7.8 Подключение колонок к ЭЗД

К детектору ЭЗД подключаются насадочные и капиллярные колонки, к детектору микро-ЭЗД только капиллярные.

Подключение насадочной колонки

Рекомендуется применение при температуре в термостате колонок менее 250 °С.

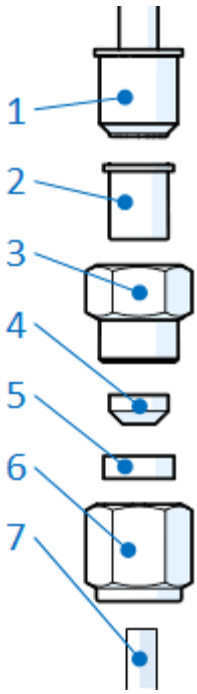
При подключении насадочных колонок установить переходную втулку 8.223.507 и штуцер 8.652.307. Усилие затяжки штуцера 8.652.307 "от руки" с последующим доворотом ключом на 10-15°.

Колонка насадочная вставляется в переходную втулку 8.223.507 до упора. Усилие затяжки гайки 8.930.172 "от руки".

Вместо муфты 8.220.380 и втулки 8.223.013 может применяться муфта 8.453.038 (с графитом)

Графитовые муфты могут использоваться до 450 °С в термостате колонок. Усилие затяжки штуцера 8.652.307 "от руки" с последующим доворотом ключом на 10-15°. Колонка насадочная вставляется в переходную втулку до упора. Усилие затяжки гайки 8.930.172 "от руки" с последующим доворотом ключом на 30-60°.

При уплотнении стеклянной колонки с помощью графитовых муфт следует соблюдать осторожность во избежание ее поломки.



1 – штуцер детектора, 2 – втулка 8.223-507, 3 – штуцер 8.652.307, 4 – муфта 8.220.380 (резина), 5 – втулка 8.223.013, 6 – гайка 8.930.172, 7 – насадочная колонка

Рисунок 3.61 – Подключение насадочной колонки с помощью резиновых муфт

Подключение капиллярной колонки

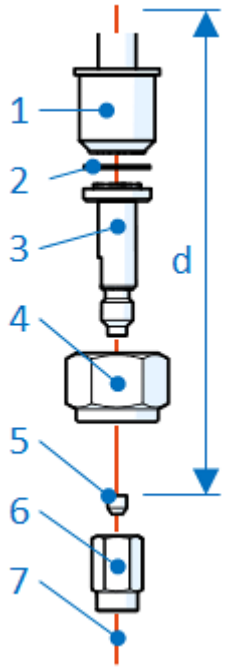
К штуцеру детектора в термостате подключить переходник 6.115.318 перед установкой капиллярной колонки. Конструкция переходника в сборе показана на рисунке ниже.

Поместить шайбу 2 (8.942.247) на упор 3 (6.278.008) и вставить в гайку 4 (8.930.268-01) как показано на рисунке. Присоединить эту сборку к штуцеру 1 детектора. Затянуть гайку 4 усилием "от руки", затем подтянуть ключом на 10-15°.

Надеть гайку 6 (8.930.339) и феррулу 5 (например, #072626 SGE, конусом вниз) на конец колонки.

Отрезать конец колонки (5–20 мм). Это позволит избежать попадания графита в колонку. Срез должен быть ровным, без сколов и трещин.

Срезанный конец колонки протереть кусочком безворсовой ткани, смоченной в этаноле, для удаления пыли и других загрязнений.



1 – штуцер детектора, 2 – шайба 8.942.247, 3 – упор 6.278.008, 4 – гайка 8.930.268-01, 5 – феррула, 6 – гайка 8.930.339, 7 – колонка капиллярная

d = 78 мм (для ЭЗД)

Рисунок 3.62 – Подключение капиллярной колонки

Расположить гайку 6 и феррулу 5 на требуемом расстоянии (d = 78 мм для ЭЗД) от конца колонки. Для удобства рекомендуется использовать шаблон 6.236.249 из комплекта ЗИП. Установить колонку в шаблон, закрутить гайку усилием "от руки". Выровнять кончик колонки по маркировке (3) шаблона. Затем удерживая колонку в том же положении, закрутить гайку ключами в штуцере шаблона на 60 – 90 градусов таким образом, чтобы колонка была плотно зафиксирована феррулой. Использовать ключи размером 7 и 8 для уплотнения в калибре. Затем ослабить гайку.

Вставить колонку в детектор, закрутить гайку 6 усилием "от руки". Затем довернуть гайку 6 ключом на 45-60 градусов так, чтобы колонку нельзя было вытянуть из гайки (колонка зафиксирована феррулой).

3.7.9 Особенности применения ЭЗД

Чувствительность и селективность ЭЗД

Чувствительность и селективность детектора определяется сродством к электрону (способностью к захвату электрона) проходящих через ионизационную камеру веществ, а также условиями работы детектора. Сильным сродством к электрону обладают, например, молекулы, имеющие в своем составе несколько атомов галогенов.

Для галогенсодержащих соединений чувствительность детектора увеличивается в ряду F<Cl<Br<I.

Относительная чувствительность детектора ЭЗД к некоторым органическим соединениям приведена ниже.

Таблица 3.10 – Относительная чувствительность ЭЗД

Компонент	**Относительная чувствительность**	**Компонент**	**Относительная чувствительность**
Этан	1	Хлороформ	10^4–10^5
Бензол		Нитробензол	
Бутанол	1–10^2	Сероуглерод	
Ацетон		Коричный альдегид	
Хлорбутан		Четыреххлористый углерод	10^5–10^6
Хлорбензол		Динитрофенол	
1,2 Дихлорэтан	10^2–10^4	Диэтилфумарат	
Антрацен		Динитробензол	
Кето–стероиды		Гексахлорбензол	
Тетраэтилсвинец		Гексахлорциклогексан	
Бензилхлорид			

Линейность ЭЗД

Линейный диапазон детектор ЭЗД неодинаков к анализируемым веществам. В характеристиках детектора приводится линейный диапазон к линдану (γ-гексахлорциклогексан). При этом для других веществ линейный диапазон может быть составлять лишь 2-3 порядка. По этой причине при построении градуировочного графика для отклика детектора ЭЗД часто рекомендуется использовать кусочно-линейчатую функцию.

Рекомендуемые режимы работы ЭЗД

С увеличением температуры детектора улучшается чувствительность детектора к веществам, захватывающим электроны с диссоциацией. Изменение расхода газа–носителя или поддува также влияет на чувствительность, поскольку отклик детектора зависит от концентрации газовой смеси, проходящей через детектор.

Рекомендуемые режимы работы ЭЗД 2.840.040-01 приведены вТаблица 3.11. Рекомендуемые режимы работы микро-ЭЗД 2.840.040-01.01 приведены в Таблица 3.12.



Следует избегать введения в детектор агрессивных веществ, которые могут реагировать с Никелем–63, ухудшать качество покрытия Никеля–63 на радиоактивном источнике, и образовывать летучие соединения с Никелем–63.

Таблица 3.11 – Рекомендуемые режимы работы ЭЗД 2.840.040-01

Параметр	**При работе с насадочными колонками**	**При работе с капиллярными колонками**
Газ–носитель	Азот или аргон/метан, (20–30) мл/мин	Азот, водород или гелий; поток (0,5–5) мл/мин, в зависимости от диаметра колонки
Поддув	Азот или аргон/метан, (20–30) мл/мин	Азот или аргон/метан, (20–50) мл/мин
Температура	(250–400) °С. Выбор температуры зависит от решаемой задачи. Температура детектора выбирается на 20 °С выше максимальной температуры колонки	
Ток ЭЗД	(100–150) отн. ед.	
Типичный уровень фонового сигнала	(200–300) мВ	(80–150) мВ

Таблица 3.12 – Рекомендуемые режимы работы микро-ЭЗД 2.840.040-01.01.

Параметр	**При работе в режиме наивысшей чувствительности**	**При работе с повышенными концентрациями анализируемых веществ (увеличивается стойкость к загрязнениям)**
Газ–носитель	Азот 6.0, водород или гелий; поток (0.5–5) мл/мин, в зависимости от диаметра колонки	
Поддув*	Азот 6.0, (5-10) мл/мин	Азот 6.0, (15-30) мл/мин
Анодный газ*	Азот 6.0 или аргон/метан, (5-10) мл/мин	Азот 6.0 или аргон/метан, (15-30) мл/мин
Температура	(250–400) °С. Выбор температуры зависит от решаемой задачи. Температура детектора выбирается на 50 °С выше максимальной температуры термостата колонки (желательно не менее 350 °С).	
Ток ЭЗД	20 отн. ед.	10 отн. ед.
Типичный уровень фонового сигнала	(60–200) мВ	(70–250) мВ

*При питании поддува и анодного газа от одного РРГ 11 через два пневмосопротивления расход поддува или анодного газа вычисляются делением показания расхода РРГ11 на два.

Ток ЭЗД

Ток ЭЗД – это опорный ток, соответствующий величине протекающего через детектор ионизационного тока. Ток ЭЗД задается с клавиатуры хроматографа или компьютера в относительных единицах от 0 (0 нА) до 350 (4.1 нА), Задаваемое значение зависит от величины активности радиоактивного источника, находящегося в детекторе. Ток ЭЗД

устанавливается на заводе–изготовителе при выпуске хроматографа. Следует помнить, что при изменении величины тока ЭЗД изменяется значение отклика детектора, поэтому градуировка и анализы проб должны проводиться при одном значении тока.

Фоновый сигнал ЭЗД

Фоновый сигнал – выходной сигнал детектора при отсутствии в детекторе анализируемого вещества. Уровень фонового сигнала зависит от чистоты поступающих в детектор газов и хроматографической колонки, чистоты самого детектора, температуры детектора, расхода газов, величины тока ЭЗД. Слишком высокий уровень фонового сигнала (500 мВ и более) свидетельствует о необходимости проведения технического обслуживания детектора.

Максимальный уровень выходного сигнала детектора ЭЗД 2.840.040-01 – 10000 мВ.

Максимальный уровень выходного сигнала детектора микро-ЭЗД 2.840.040-01.01 – 16000 мВ.

Поддержание оптимальных характеристик ЭЗД

Оптимальные характеристики детектора ЭЗД (чувствительность и фон) во время ежедневной работы являются отражением двух факторов:

- Чистые питающие газы
- Чистая камера детектора

При загрязнении камеры детектора и / или питающих газов фон детектора неизбежно возрастает, чувствительность падает. Детектор микро-ЭЗД в большей степени подвержен загрязнениям из-за более высокой чувствительности.

Для поддержания необходимой чистоты газов рекомендуется использовать специальные фильтры, см. раздел 3.7.6.

Для поддержания камеры детектора в чистоте рекомендуется придерживаться нескольких несложных правил:

- Поддерживать рабочую температуру детектора на 50° выше максимальной температуры колонки во время анализа;
- Для кондиционирования колонки или термической очистки детектора отсоединять конец колонки от детектора и заглушать штуцер детектора в термостате;
- При анализе грязных образцов использовать методы пробоподготовки, которые обеспечивают наилучшую очистку пробы перед анализом (например, твердофазная экстракция при анализе почвы лучше очищает пробу, чем жидкость-жидкостная экстракция).
- Отрегулировать деление потока. Вводить необходимое для достижения чувствительности количество пробы в колонку, остальное сбрасывать.
- Регулярно проводить кондиционирование детектора.

3.7.10 Техническое обслуживание ЭЗД

Техническое обслуживание детектора ЭЗД проводят периодически, либо внепланово при повышении уровня фона детектора свыше 500 мВ.

Фон детектора ЭЗД может возрастать вследствие ненадлежащего качества питающих газов или при загрязнении детектора и колонки. При повышении фона падает чувствительность детектора. Целью операций технического обслуживания является снижение фона до приемлемых рабочих значений (см. раздел 3.7.9).

Операции технического обслуживания:

Операции	**Периодичность***
Замена и регенерация фильтров питающих газов	ежегодно, либо в соответствии с рекомендациями производителя
Кондиционирование колонки	раз в полгода, выполняется перед кондиционированием детектора
Кондиционирование детектора	раз в полгода
Очистка электрода	Всегда после кондиционирования детектора и очистки детектора
Очистка детектора	по требованию, если кондиционирование детектора не помогает

* – при повышении фона детектора рекомендуется проводить внеочередное обслуживание детектора.

Загрязнение колонки или детектора не является гарантийным случаем, и все процедуры обслуживания по устранению последствий загрязнения могут проводиться пользователем.

Перед проведением обслуживания детектора необходимо выяснить вероятную причину повышенного уровня фонового сигнала.

Чистота газа-носителя и поддувного газа

Фильтры питающих газов не относятся к детектору ЭЗД, но непосредственно влияют на работу и характеристики детектора, поэтому при устранении причин повышенного фона следует принимать их во внимание.

Детектор ЭЗД чувствителен к примесям кислорода в газе–носителе. Если непосредственно перед появлением высокого фонового сигнала был заменен баллон с газом–носителем, то причиной высокого фонового сигнала может быть газ из баллона с повышенным содержанием кислорода. Также кислород мог попасть в систему газового питания хроматографа во время замены баллона или после регенерации фильтров с молекулярными ситами (если фильтры недостаточно отдуты перед соединением линий). Для отдувки кислорода в этом случае может понадобиться дополнительное время, до 3-4 часов.

Следуйте рекомендациям по подключению баллона, а также используемых фильтров для устранения причин.

Кондиционирование колонки

ЭЗД является детектором, не разрушающим пробу. По этой причине неудовлетворительная работа детектора может быть вызвана и тем, что тяжелые компоненты, выходящие из колонки, осаждаются на внутренних поверхностях детектора.

Если фоновый сигнал нарастал постепенно в течение нескольких дней или недель, то причину высокого фонового сигнала следует искать в загрязнении колонки и детектора компонентами пробы.

Для очистки колонки от загрязнения необходимо выполнить ее кондиционирование, процедура описана в разделе 4.3 "Кондиционирование колонок" части 1 Руководства по эксплуатации. Кондиционирование колонки всегда следует выполнять перед кондиционированием детектора.

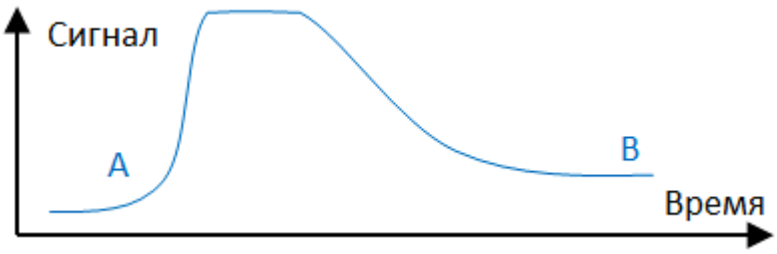
Кондиционирование детектора

Процедура кондиционирования детектора может занять от одного до нескольких часов, в зависимости от степени загрязненности детектора. Последовательность действий процедуры кондиционирования детектора приведена ниже.

Кондиционирование детектора проводится после кондиционирования колонки.

Процедура кондиционирования детектора:

- **Отсоединить и извлечь колонки** из термостата колонок; заглушить входной штуцер детектора и испарителя;
- Задать расход поддувного газа (20-100) мл/мин;
- Задать температуру детектора 400 °С, температуру термостата колонок 350 °С;
- Включить запись фонового сигнала детектора. По мере увеличения температуры фоновый сигнал резко вырастет (возможно, до максимального значения), а затем, по прошествии некоторого времени, начнет постепенно снижаться. Обычно, вид сигнала детектора во время процедуры кондиционирования выглядит следующим образом:



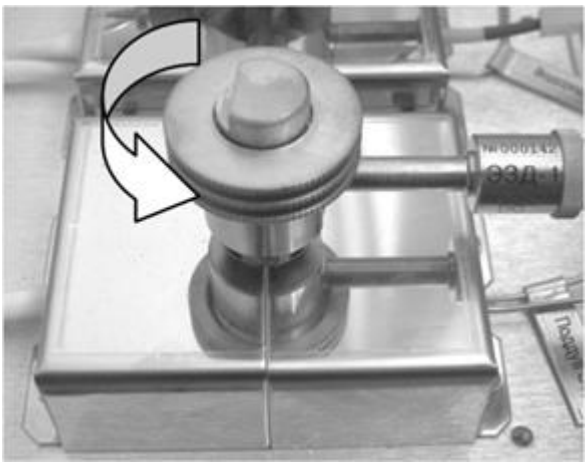
A – начало подъёма температуры, B – стабилизация сигнала

Рисунок 3.63 – Изменение сигнала при кондиционировании детектора

- После того как наступит стабилизация фонового сигнала, можно снизить температуры детектора и термостата колонок и уменьшить расход поддува до рабочего значения. Затем обратно установить колонки в термостат колонок.
- После кондиционирования детектора провести очистку электрода (см. ниже).

Очистка электрода

- Снять верхнюю часть детектора, отвернув гайку.
- Отсоединить разъем усилителя и выкрутить контакт.

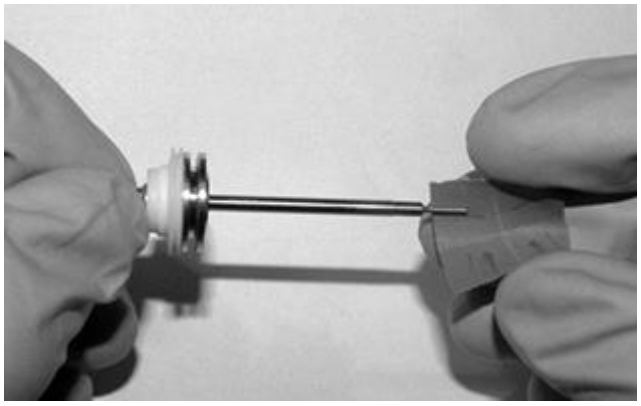


Далее (руки должны быть в перчатках):

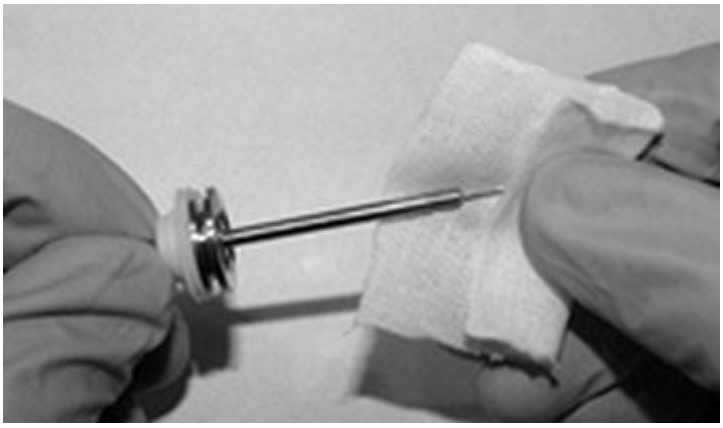
- Извлечь электрод и изоляторы с резиновыми кольцевыми уплотнениями 8.685.076 и 8.685.086.



- Зачистить тонкий конец электрода мелкой наждачной бумагой (№1000 и выше).



- Протереть конец электрода безворсовой тканью, смоченной в ацетоне или спирте.



- Собрать детектор в обратной последовательности не забыв установить на место резиновые кольцевые уплотнения 8.685.076 и 8.685.086.

Иногда после очистки электрода фоновый сигнал детектора может составлять 0 В. Для вывода детектора из этого состояния необходимо отсоединить колонку от детектора, заглушить входной штуцер детектора и увеличить температуру детектора до 400 °С на 1-2 часа, а затем снизить ее до рабочего значения. Если уровень фонового сигнала остается 0, то необходимо поворотить данную процедуру.

Очистка детектора

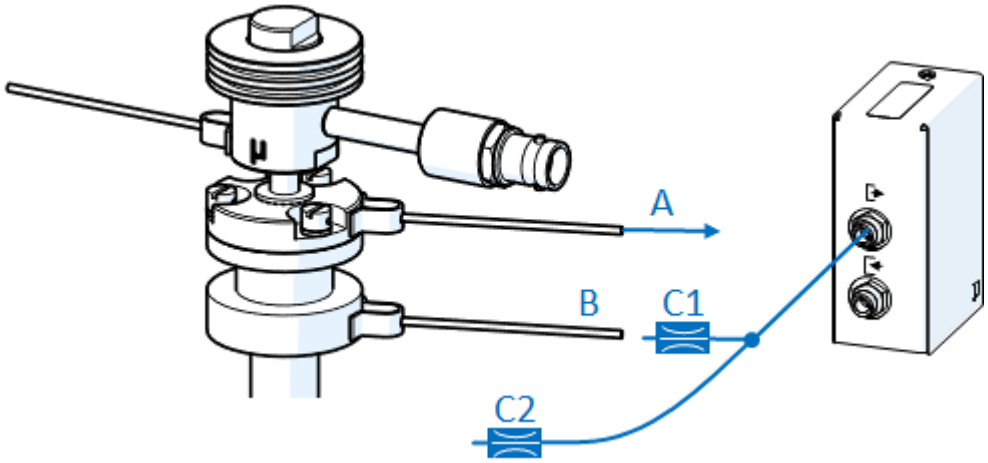
Процедура очистки детектора проводится только после того, как кондиционирование детектора и очистка электрода не дали положительного результата.



В соответствии с требованиями санитарных правил и норм к устройству и эксплуатации радиоизотопных приборов СанПиН 2.6.1.3287-15 "Санитарно-эпидемиологические требования к обращению с радиоизотопными приборами и их устройству" корпус электронозахватного детектора опломбирован. Поэтому, из всех деталей детектора доступным для обслуживания является только электрод и его изоляторы.

Очистка детектора заключается в интенсивной очистке внутренних каналов и камеры детектора парами растворителя, очистке электрода и изоляторов.

- **Отсоединить и извлечь колонки** из термостата колонок; заглушить входной штуцер детектора и испарителя;
- Отвернув гайку, снять верхнюю часть детектора (крышку, электрод и изоляторы вместе с резиновыми кольцевыми уплотнениями 8.685.076 и 8.685.086).
- Отсоединить линии поддува и подачи анодного газа в детектор от пневмосопротивлений или РРГ.



- Задать температуру детектора и термостата колонки 350 °С, газовые потоки задавать не обязательно;
- Через 10 минут по достижению заданных температур необходимо **открыть дверь термостата колонок (обязательно!).**
- Отобрать в медицинский шприц 3-5 мл этилового спирта и в медленно ввести его в линию поддува детектора. Вместо этилового спирта можно использовать гексан, либо смесь Гексан-Ацетон (1:1). Разные растворители могут быть более или менее эффективны в зависимости от характера загрязнений.
- Перевести хроматограф в режим охлаждения и после остывания хроматографа собрать детектор, восстановить его газовое питание, заглушить входной штуцер детектора.
- После проведения очистки детектора всегда необходимо провести очистку электрода и прогреть детектор при 400°С в течение 1 часа.
- Установить колонку и подключить ее к испарителю и входному штуцеру детектора.

3.8 Масс-спектрометрический детектор (МСД)

При работе с МСД "Хроматэк" руководствуйтесь сведениями, изложенными в документах:

- Детектор масс-спектрометрический. Руководство по эксплуатации. 214.2.840.083 РЭ
- Детектор масс-спектрометрический. Паспорт. 214.2.840.083 ПС или 214.2.840.083-01 ПС
- Устройство прямого ввода в МСД. Руководство по эксплуатации

Для управления прибором и обработкой данных используется программа обработки "Хроматэк Аналитик" версия 3.1.